



## **SKRIPSI**

# **OPTIMASI PENGGUNAAN PEREDUKSI NATRIUM TIOSULFAT ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ), NATRIUM SULFIT ( $\text{Na}_2\text{SO}_3$ ), DAN HIDROKSILAMIN HIDROKLORIDA ( $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$ ) PADA ANALISIS KADAR BESI ( $\text{Fe}$ )**

**HARYUDINI ARSA PUTRI**

**NRP. 01211440000001**

**Dosen Pembimbing**

**Drs. R. Djarot Sugiarto, K.S., M.S**

**Suprpto, S.Si., M.Si., Ph.D.**

**DEPARTEMEN KIMIA**

**FAKULTAS ILMU ALAM**

**INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER**

**SURABAYA**

**2018**



## **SCRIPT**

# **OPTIMIZATION OF SODIUM THIOSULFATE ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ), SODIUM SULFITE ( $\text{Na}_2\text{SO}_3$ ), AND HYDROXILAMINE HYDROCHLORIDE ( $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$ ) REDUCTOR IN IRON (Fe) ANALYSIS**

**HARYUDINI ARSA PUTRI**

**NRP. 01211440000001**

**Advisor Lecture**

**Drs. R. Djarot Sugiarso, K.S., M.S**

**Suprpto, S.Si., M.Si., Ph.D.**

**CHEMISTRY DEPARTEMENT**

**FACULTY OF NATURAL SCIENCE**

**INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER**

**SURABAYA**

**2018**

**OPTIMASI PENGGUNAAN PEREDUKSI NATRIUM  
TIOSULFAT ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ), NATRIUM SULFIT ( $\text{Na}_2\text{SO}_3$ ), DAN  
HIDROKSILAMIN HIDROKLORIDA ( $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$ ) PADA  
ANALISIS KADAR BESI ( $\text{Fe}$ )**

**SKRIPSI**

Disusun Sebagai Salah Satu Syarat Untuk Memperoleh Gelar  
Sarjana Program Studi S-1  
Departemen Kimia, Fakultas Ilmu Alam  
Institut Teknologi Sepuluh Nopember  
Surabaya

Disusun Oleh :

**HARYUDINI ARSA PUTRI**  
**NRP. 01211440000001**

**DEPARTEMEN KIMIA**  
**FAKULTAS ILMU ALAM**  
**INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER**  
**SURABAYA**

**2018**

## LEMBAR PENGESAHAN

**OPTIMASI PENGGUNAAN PEREDUKSI NATRIUM  
TIOSULFAT ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ), NATRIUM SULFIT ( $\text{Na}_2\text{SO}_3$ ), DAN  
HIDROKSILAMIN HIDROKLORIDA ( $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$ ) PADA  
ANALISIS KADAR BESI ( $\text{Fe}$ )**

### SKRIPSI

Disusun Oleh :

**HARYUDINI ARSA PUTRI**

**NRP. 01211440000001**

Surabaya, 8 Juli 2018

Menyetujui,

Dosen Pembimbing I



Drs. R. Djarot Sugiarso K.S., M.S

NIP. 19650419 198803 1 001

Dosen Pembimbing II



Suprpto, S.Si.,MSi.,Ph.D.

NIP. 19720919 199802 1 002



Mengetahui,  
Kepala Departemen Kimia

Prof. Dr. Didik Prasetyoko, S.Si., M.Sc.

NIP 19710616 199703 1 002

*Bismillahirrahmanirrahim*

*Alhamdulillahirabbil‘alamin*

*Puji Syukur kepada Allah SWT*

*Teruntuk Mama, Ayah, Kakak dan Keluarga tercinta*

*Teman-teman Laboratorium Instrumentasi dan Sains  
Analitik, serta teman-teman GALAXY*

*Bapak dan Ibu dosen serta semua pihak yang telah  
memberikan dukungan dan semangatnya*

# **OPTIMASI PENGGUNAAN PEREDUKSI NATRIUM TIOSULFAT ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ), NATRIUM SULFIT ( $\text{Na}_2\text{SO}_3$ ), DAN HIDROKSILAMIN HIDROKLORIDA ( $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ ) PADA ANALISIS KADAR BESI (Fe)**

**Nama** : Haryudini Arsa Putri  
**No.Reg** : 01211440000001  
**Departemen** : Kimia  
**Dosen Pembimbing** : Drs. R. Djarot Sugiarto K.S., MS  
Suprpto, S.Si., M.Si., Ph.D.

## **Abstrak**

Penelitian ini bertujuan untuk membandingkan aktivitas pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ;  $\text{Na}_2\text{SO}_3$  dan  $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ . Variabel yang di variasi adalah pH buffer asetat optimum, waktu pembentukan kompleks optimum, dan konsentrasi pereduksi optimum dalam penentuan kadar besi (Fe). Penentuan kadar besi total dilakukan dengan Spektrofotometer UV-VIS. Panjang gelombang maksimum Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ;  $\text{Na}_2\text{SO}_3$  dan  $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$  diperoleh sebesar 510 nm. Selanjutnya optimasi pH buffer suasana asam diperoleh pH 4,5 untuk pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  dan  $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$  serta pH 4 untuk  $\text{Na}_2\text{SO}_3$ . Waktu optimum pembentukan kompleks yaitu 15 menit untuk  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  dan  $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$  serta 30 menit untuk  $\text{Na}_2\text{SO}_3$ . Selain itu, dilakukan penentuan konsentrasi optimum pereduksi dan dihasilkan 11 ppm pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ; 60 ppm pereduksi  $\text{Na}_2\text{SO}_3$ ; dan 7 ppm pereduksi  $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$  untuk mereduksi 5 ppm larutan  $\text{Fe}^{3+}$ . Tingkat akurasi suatu metode dapat dilihat dari %*Recovery*. %*Recovery* dari pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ;  $\text{Na}_2\text{SO}_3$  dan  $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$  secara berturut-turut sebesar 102,81%; 84,08% dan 116,71% pada saat kondisi pH buffer asetat optimum, waktu pembentukan kompleks optimum, dan konsentrasi pereduksi optimum.

**Kata Kunci** : Besi, Fenantrolin, Spektrofotometer UV-VIS,  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Na}_2\text{SO}_3$ ,  $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$

**OPTIMIZATION OF SODIUM THIOSULFATE ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ),  
SODIUM SULFITE ( $\text{Na}_2\text{SO}_3$ ), HYDROXILAMINE  
HYDROCHLORIDE ( $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ ) REDUCTOR IN IRON  
(Fe) ANALYSIS**

**Name** : Haryudini Arsa Putri  
**Reg.No** : 01211440000001  
**Departement** : Chemistry  
**Supervisor** : Drs. R. Djarot Sugiarso K.S., MS  
Suprpto, S.Si., M.Si., Ph.D.

**Abstract**

In this research, the activities of  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ;  $\text{Na}_2\text{SO}_3$ ; and  $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$  reductor were compared. Variable variation were optimum pH, time of complex formation and optimum concentration of reductor in iron (Fe) analysis. Determination of total iron in solution was carried out using UV-VIS Spectrophotometer. The maximum wavelength of Fe(II)-Phenantroline with  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ;  $\text{Na}_2\text{SO}_3$  and  $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$  reductor were obtained at 510 nm. Optimization of buffer pH in acidic conditions was pH 4.5 for  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  and  $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ , pH 4 for  $\text{Na}_2\text{SO}_3$ . The optimum reaction time of complex formation was 15 minutes for  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  and  $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ , 30 minutes for  $\text{Na}_2\text{SO}_3$ . Determination of optimum concentration was 11 ppm for  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ; 60 ppm for  $\text{Na}_2\text{SO}_3$ ; and 7 ppm for  $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$  to reduce 5 ppm of  $\text{Fe}^{3+}$ . The accuracy level of the method can be seen from %Recovery. % Recovery from  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ;  $\text{Na}_2\text{SO}_3$  and  $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$  were 102,81%; 84,08% and 116,71% at optimum pH, time of complex formation and optimum concentration for reductor.

**Keyword** : Iron, Phenantrolin, UV-VIS Spectrophotometer,  
 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Na}_2\text{SO}_3$ ,  $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ , optimum

## KATA PENGANTAR

Alhamdulillahirabbil'alamin, puji syukur atas limpahan rahmat Allah SWT sehingga naskah tugas akhir yang berjudul **“OPTIMASI PENGGUNAAN PEREDUKSI NATRIUM TIOSULFAT ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ) , NATRIUM SULFIT ( $\text{Na}_2\text{SO}_3$ ), DAN HIDROKSILAMIN HIDROKLORIDA ( $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ ) PADA ANALISIS KADAR BESI (Fe)”** dapat diselesaikan. Tulisan ini terwujud dengan baik atas bantuan dan dukungan dari semua pihak. Untuk itu penulis menyampaikan terima kasih kepada :

1. Drs. Djarot Sugiarso, K.S., M.S., dan Suprpto, S.Si., M.Si., Ph.D., dosen pembimbing yang telah memberikan pengarahan dan bimbingan selama proses penyusunan rancangan tugas akhir ini.
2. Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc., Kepala Departemen Kimia atas fasilitas yang telah diberikan hingga tugas akhir ini dapat terselesaikan.
3. Dr. Afifah Rosyidah, S.Si., M.Si ., dosen wali yang telah memberikan bimbingan dan nasihat selama menimba ilmu di Departemen Kimia FIA ITS.
4. Ayah Hari Yulianto dan Mama Rahayu Dwi Hariningsih, serta kakak Satria Hary Septianto atas dukungan dan kasih sayang yang tiada henti.
5. Seluruh guru dan dosen yang sudah membimbing dalam menimba ilmu hingga sekarang.

Penulis menyadari bahwa masih terdapat kekurangan dalam penyusunan naskah ini. Penulis mengharapkan saran yang bersifat membangun terhadap tulisan ini. Semoga naskah ini memberikan manfaat dan inspirasi terutama bagi pihak-pihak yang menekuni bidang terkait dengan yang penulis kerjakan.

Surabaya, 8 Juli 2018

Penulis



## DAFTAR ISI

SKRIPSI .....	i
SCRIPT .....	ii
DAFTAR ISI .....	ix
DAFTAR GAMBAR .....	xii
DAFTAR TABEL .....	xv
BAB I .....	1
PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah.....	3
1.3 Batasan Masalah .....	3
1.4 Tujuan Penelitian .....	3
1.5 Manfaat .....	4
BAB II.....	5
TINJAUAN PUSTAKA.....	5
2.1 Besi .....	5
2.2 Natrium Tiosulfat.....	6
2.3 Natrium Sulfit .....	7
2.4 Hidroksilamin Hidroklorida.....	8
2.5 1,10-Fenantrolin.....	9
2.6 Senyawa Kompleks.....	10
2.7 Larutan Buffer.....	11
2.8 Spektrofotometer UV-VIS.....	12
2.9 Validasi Metode .....	14
2.9.1 Linearitas .....	15
2.9.2 Akurasi.....	16
2.9.3 Presisi.....	17
BAB III.....	19
METODOLOGI .....	19
3.1 Alat dan Bahan.....	19
3.2 Prosedur Kerja .....	19
3.2.1 Pembuatan Larutan Standar Fe (III) 100 ppm .....	19
3.2.2 Pembuatan Larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 100 ppm .....	19
3.2.3 Pembuatan Larutan $\text{Na}_2\text{SO}_3$ 1000 ppm .....	19
3.2.4 Pembuatan Larutan $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$ 100 ppm.....	20
3.2.5 Pembuatan Larutan 1,10-Fenantrolin 1000 ppm .....	20

3.2.6	Pembuatan Larutan Buffer Asetat.....	20
3.2.7	Pembuatan Larutan Blanko.....	20
3.2.8	Penentuan Panjang Gelombang Maksimum .....	20
3.2.9	Penentuan pH Optimum Larutan Buffer Asetat.....	21
3.2.10	Penentuan Konsentrasi Optimum Pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ .....	21
3.2.13	Penentuan Waktu Optimum Pereduksi .....	22
	<i>“Halaman ini sengaja dikosongkan”</i> .....	24
BAB IV .....		25
HASIL DAN PEMBAHASAN .....		25
4.1	Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Besi .....	25
4.2	Penentuan pH Optimum.....	27
4.3	Penentuan Waktu Optimum.....	32
4.4	Penentuan Konsentrasi Optimum .....	36
4.5	Penentuan Kurva Kalibrasi .....	41
BAB V.....		47
KESIMPULAN DAN SARAN.....		47
5.1	Kesimpulan .....	47
5.2	Saran .....	47
DAFTAR PUSTAKA .....		49
SKEMA KERJA .....		53
A.1	Pembuatan Larutan Stok Fe (II) 100 ppm .....	53
A.2	Pembuatan Larutan Stok Pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 100 ppm ....	53
A.3	Pembuatan Larutan Stok Pereduksi $\text{Na}_2\text{SO}_3$ 1000 ppm....	53
A.4	Pembuatan Larutan Stok Pereduksi $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$ 100 ppm .....	54
A.5	Pembuatan Larutan Blanko .....	54
A.6	Pembuatan Larutan Stok 1,10-Fenantrolin 1000 ppm.....	55
A.7	Pembuatan Larutan Stok Buffer Asetat pH=4,5.....	55
A.8	Penentuan Panjang Gelombang Maksimum dan Absorbansi .....	56
A.9	Penentuan pH Optimum .....	57
A.10	Penentuan Waktu Optimum .....	58
A.11	Penentuan Konsentrasi Optimum $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ .....	59
A.12	Penentuan Konsentrasi Optimum $\text{Na}_2\text{SO}_3$ .....	60
A.13	Penentuan Konsentrasi Optimum $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$ .....	61
A.14	Penentuan Kurva Kalibrasi.....	62
LAMPIRAN B .....		63

PERHITUNGAN PEMBUATAN LARUTAN.....	63
B.1 Pembuatan Larutan Fe(III) 100 ppm .....	63
B.2 Pembuatan Larutan Stok Pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 100 ppm ....	64
B.3 Pembuatan Larutan Stok Pereduksi $\text{Na}_2\text{SO}_3$ 1000 ppm ....	65
B.4 Pembuatan Larutan Stok Pereduksi $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$ 100 ppm .....	66
B.5 Pembuatan Larutan Stok 1,10-Fenantrolin 1000 ppm .....	68
B.6 Pembuatan Larutan Stok Buffer Asetat pH=4,5 .....	68
LAMPIRAN C .....	70
PERHITUNGAN LINEARITAS .....	70
C.1 Perhitungan Persamaan Regresi Linier Kurva.....	70
C2. Perbandingan Koefisien Korelasi Kurva Kalibrasi.....	73
C.3 Perhitungan Uji-t terhadap Kurva Kalibrasi .....	76
LAMPIRAN D .....	78
PERHITUNGAN PRESISI .....	78
D.1 Pereduksi Natrium Tiosulfat ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ) .....	78
1. Perhitungan Presisi pada pH Optimum BufferAsetat ..	78
2. Perhitungan Presisi pada Waktu Optimum .....	79
3. Perhitungan Presisi pada Konsentrasi Optimum .....	81
D.2 Pereduksi Natrium Sulfit ( $\text{Na}_2\text{SO}_3$ ) .....	82
1. Perhitungan Presisi pada pH Optimum BufferAsetat ..	82
2. Perhitungan Presisi pada Waktu Optimum .....	84
3. Perhitungan Presisi pada Konsentrasi Optimum .....	85
D.3 Pereduksi Hidroksilamin Hidroklorid ( $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$ ) .....	87
1. Perhitungan Presisi pada pH Optimum BufferAsetat ..	87
2. Perhitungan Presisi pada Waktu Optimum .....	88
3. Perhitungan Presisi pada Konsentrasi Optimum .....	90
LAMPIRAN E .....	92
PERHITUNGAN KONSENTRASI $\text{Fe}^{2+}$ DAN AKURASI.....	92
LAMPIRAN F.....	95
TABEL NILAI KRITIK SEBARAN t.....	95
BIODATA PENULIS .....	97

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2. 1 Mineral yang Mengandung Besi.....	6
Gambar 2. 2 Struktur Natrium Tiosulfat .....	7
Gambar 2. 3 Struktur Natrium Sulfit.....	8
Gambar 2. 4 Struktur Hidroksilamin Hidroklorida .....	8
Gambar 2. 5 Struktur 1,10-Fenantrolin .....	9
Gambar 2. 6 Struktur Senyawa Kompleks Fe(II)-Fenantrolin ....	11
Gambar 2. 7 Sistem Kerja Spektrofotometer UV-VIS .....	13
Gambar 4. 1 Kurva Panjang Gelombang Maksimum Fe(II)- Fenantrolin dengan Pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ .....	26
Gambar 4. 2 Kurva Panjang Gelombang Maksimum Fe(II)- Fenantrolin dengan Pereduksi $\text{Na}_2\text{SO}_3$ .....	26
Gambar 4. 3 Kurva Panjang Gelombang Maksimum Fe(II)- Fenantrolin dengan Pereduksi $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$ .....	27
Gambar 4. 4 Warna Larutan Kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ dari kiri berturut-turut pH buffer asetat A) pH 3 ; B) pH 3,5 ; C) pH 4 ; D) pH 4,5 ; E) pH 5 .....	28
Gambar 4. 5 Kurva pH Optimum $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ Suasana Asam .....	29
Gambar 4. 6 Warna Larutan Kompleks Fe(II)- Fenantrolin dengan Pereduksi $\text{Na}_2\text{SO}_3$ dari kiri berturut-turut pH buffer asetat A) pH 3 ; B) pH 3,5 ; C) pH 4 ; D) pH 4,5 ; E) pH 5.....	29
Gambar 4. 7 Kurva pH Optimum $\text{Na}_2\text{SO}_3$ Suasana Asam .....	30
Gambar 4. 8 Warna Larutan Kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$ dari kiri berturut-turut pH buffer asetat A) pH 3 ; B) pH 3,5 ; C) pH 4 ; D) pH 4,5 ; E) pH 5.....	30
Gambar 4. 9 Kurva pH Optimum $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$ Suasana Asam ..	31
Gambar 4. 10 Warna Larutan Kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ dari kiri berturut-turut	

	pada Waktu Pendiaman A) 0 ; B) 15 ; C) 30 ; D) 45 ; E) 60 menit .....	33
Gambar 4. 11	Kurva Waktu Optimum Pembentukan Senyawa Kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ .....	33
Gambar 4. 12	Warna Larutan Kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi $\text{Na}_2\text{SO}_3$ dari kiri berturut-turut pada Waktu Pendiaman A) 0 ; B) 15 ; C) 30 ; D) 45 ; E) 60 menit .....	34
Gambar 4. 13	Kurva Waktu Optimum Pembentukan Senyawa Kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi $\text{Na}_2\text{SO}_3$ .....	34
Gambar 4. 14	Warna Larutan Kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ dari kiri berturut-turut pada Waktu Pendiaman A) 0 ; B) 15 ; C) 30 ; D) 45 ; E) 60 menit .....	35
Gambar 4. 15	Kurva Waktu Optimum Pembentukan Senyawa Kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ .....	35
Gambar 4. 16	Warna Larutan Kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ dari kiri berturut-turut pada Konsentrasi A) 5 ; B) 7 ; C) 9 ; D) 11 ; E) 13 ; F) 15 ppm.....	37
Gambar 4. 17	Kurva Konsentrasi Optimum Pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ .....	38
Gambar 4. 18	Warna Larutan Kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi $\text{Na}_2\text{SO}_3$ dari kiri berturut-turut pada Konsentrasi A) 40 ; B) 50 ; C) 60 ; D) 70 ; E) 80 ppm .....	38
Gambar 4. 19	Kurva Konsentrasi Optimum Pereduksi $\text{Na}_2\text{SO}_3$ .....	39
Gambar 4. 20	Warna Larutan Kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ dari kiri berturut-turut pada Konsentrasi A) 5; B) 6; C) 7; D) 8; E) 9; F) 10; G) 11; H) 12 ppm .....	39

Gambar 4. 21 Kurva Konsentrasi Optimum Pereduksi NH <sub>2</sub> OH.HCl .....	40
Gambar 4. 22 Kurva Kalibrasi Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .....	42
Gambar 4. 23 Kurva Kalibrasi Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi Na <sub>2</sub> SO <sub>3</sub> .....	44
Gambar 4. 24 Kurva Kalibrasi Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi NH <sub>2</sub> OH.HCl .....	45

## DAFTAR TABEL

Tabel 2. 1 Panjang gelombang, warna yang diserap, dan warna komplementer .....	14
Tabel 4. 1 Data Absorbansi Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ .....	42
Tabel 4. 2 Data Absorbansi Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi $\text{Na}_2\text{SO}_3$ .....	43
Tabel 4. 3 Data Absorbansi Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ .....	45
Tabel B. 1 Volume Ambil Larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ .....	65
Tabel B. 2 Volume Ambil Larutan $\text{Na}_2\text{SO}_3$ .....	66
Tabel B. 3 Volume Ambil Larutan $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ .....	67
Tabel C. 1 Perhitungan Persamaan Regresi Linier Kurva Kalibrasi dengan Pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ .....	70
Tabel C. 2 Perhitungan Persamaan Regresi Linear Kurva Kalibrasi dengan Pereduksi $\text{Na}_2\text{SO}_3$ .....	71
Tabel C. 3 Perhitungan Persamaan Regresi Linear Kurva Kalibrasi dengan Pereduksi $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ .....	72
Tabel C. 4 Data Perhitungan Koefisien Korelasi Kurva Kalibrasi dengan Pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ .....	74
Tabel C. 5 Data Perhitungan Koefisien Korelasi Kurva Kalibrasi dengan Pereduksi $\text{Na}_2\text{SO}_3$ .....	74
Tabel C. 6 Data Perhitungan Koefisien Korelasi Kurva Kalibrasi dengan Pereduksi $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ .....	75
Tabel D. 1 Perhitungan Pada Buffer Asetat pH 4,5.....	78
Tabel D. 2 Data Penentuan pH Optimum Buffer Asetat Pereduksi Natrium Tiosulfat ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ).....	79
Tabel D. 3 Perhitungan Pada Waktu Pendiaman 15 menit .....	79
Tabel D. 4 Data Penentuan Waktu Optimum Pereduksi Natrium Tiosulfat ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ).....	80
Tabel D. 5 Perhitungan pada Konsentrasi 11 ppm .....	81
Tabel D. 6 Data Penentuan Konsentrasi Optimum Natrium Tiosulfat ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ).....	82
Tabel D. 7 Perhitungan pada Buffer Asetat pH 4.....	82

Tabel D. 8 Data penentuan pH optimum buffer asetat pereduksi Natrium Sulfit ( $\text{Na}_2\text{SO}_3$ ) .....	83
Tabel D. 9 Perhitungan pada Waktu Pendiaman 30 menit.....	84
Tabel D. 10 Data penentuan waktu optimum pereduksi Natrium Sulfit ( $\text{Na}_2\text{SO}_3$ ).....	85
Tabel D. 11 Perhitungan pada Konsentrasi 60 ppm.....	85
Tabel D. 12 Data penentuan kosentrasi optimum Natrium Sulfit ( $\text{Na}_2\text{SO}_3$ ) .....	86
Tabel D. 13 Perhitungan pada Buffer Asetat pH 4,5.....	87
Tabel D. 14 Data penentuan pH optimum buffer asetat pereduksi Hidroksilamin Hidroklorid ( $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ ) .....	88
Tabel D. 15 Perhitungan pada Waktu Pendiaman 15 menit.....	89
Tabel D. 16 Data penentuan waktu optimum pereduksi Hidroksilamin Hidroklorid ( $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ ) .....	90
Tabel D. 17 Perhitungan pada Konsentrasi 8 ppm.....	90
Tabel D. 18 Data penentuan kosentrasi optimum Hidroksilamin Hidroklorid ( $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ ) .....	91
Tabel E. 1 Data Konsentrasi $\text{Fe}^{2+}$ dan % dengan Pereduksi Natrium Tiosulfat ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ).....	93
Tabel E. 2 Data Konsentrasi $\text{Fe}^{2+}$ dan % dengan Pereduksi Natrium Sulfit ( $\text{Na}_2\text{SO}_3$ ) .....	93
Tabel E. 3 Data Konsentrasi $\text{Fe}^{2+}$ dan % dengan Pereduksi Hidroksilamin Hidroklorida ( $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ ).....	94



# **BAB I**

## **PENDAHULUAN**

### **1.1 Latar Belakang**

Besi berada pada urutan nomor empat kelimpahannya dalam kerak bumi setelah oksigen, silikon, dan aluminium (Alaerts dkk, 1987) sebesar 6,2% dalam persen massa (Chang, 2005). Karena kelimpahan besi yang cukup besar sehingga pengolahannya relatif mudah dan murah. (Canham dan Overtone, 2003).

Penggunaan besi yang luas menyebabkan peningkatan pencemaran di lingkungan yaitu pada air tanah. Dua sumber utama kontaminasi air tanah adalah kebocoran bahan kimia organik dari penyimpanan bahan kimia dalam bunker yang disimpan dalam tanah dan penampungan limbah industri yang ditampung dalam kolam besar atau di dekat sumber air. Oleh karena itu, dibutuhkan metode analisis besi yang tepat untuk pemantauan lingkungan (Fisiana, 2102).

Besi merupakan elemen nutrisi utama yang berperan dalam banyak hal proses biologis, seperti sintesis DNA dan RNA, transportasi oksigen, respirasi seluler, aktivitas berbagai enzim, sebagai fungsi kekebalan dan metabolisme. (Beard 2001; Rouault dan Tong 2008). Besi dalam tubuh manusia berbentuk ion-ion yakni  $\text{Fe}^{2+}$  (ferro) dan  $\text{Fe}^{3+}$  (ferri), dimana kedua ion tersebut disebut juga zat besi. Kekurangan zat besi menyebabkan seseorang mengalami anemia sedangkan kelebihan zat besi menyebabkan jantung koroner dan kanker, oleh sebab itu penentuan kadar besi penting dilakukan untuk studi kesehatan. (Garrow dan James, 1993).

Penentuan kadar besi dapat dilakukan dengan berbagai metode analisis diantaranya gravimetri, namun kadar analit dalam sampel harus besar, waktu analisis lama, dan kurang akurat. (Khopkar, 1990). Pada penelitian ini menggunakan spektrofotometer UV-VIS karena waktu analisis cepat dan sederhana dan dapat menganalisis dengan konsentrasi yang sangat kecil. Penentuan kadar besi dengan metode spektrofotometer UV-VIS dilakukan dengan reaksi

pengompleksan terlebih dahulu yang ditandai dengan pembentukan warna yang sesuai dengan reagen yang digunakan. Senyawa pengompleks yang dapat digunakan yaitu molibdehum, selenit, difenilkarbazon, dan fenantrolin (Vogel, 1985). Pengomplek 1,10-fenantrolin bersifat langsung, selektif, dan tidak diperlukan ekstraksi (Malik, 2000). Oleh karena itu pada penelitian ini digunakan 1,10-fenantrolin sebagai pengomplek.

Sebelum dilakukan pengompleksan,  $\text{Fe}^{3+}$  direduksi menjadi  $\text{Fe}^{2+}$  karena menurut Wang (2015), kompleks  $\text{Fe}^{2+}$  dengan 1,10-fenantrolin lebih stabil dibandingkan kompleks  $\text{Fe}^{3+}$  dengan fenantrolin dengan nilai konstanta kestabilan yaitu 21,0. Pereduksi yang digunakan yaitu Natrium tiosulfat ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ) karena merupakan pereduksi yang kuat dan mudah di dapat. Berdasarkan penelitian Puspaningtyas (2004) 11 ppm  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  pada kondisi pH 4,5 sudah mampu mereduksi 5 ppm larutan  $\text{Fe}^{3+}$  dengan prosen recovery sebesar 99,2438 %. Radityo (2011) melakukan penelitian penentuan kadar besi dengan membandingkan kemampuan pereduksi Natrium tiosulfat ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ) dan Kalium Oksalat ( $\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4$ ) yang menghasilkan nilai kesalahan pereduksi untuk  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  sebesar 2,17% sedangkan untuk  $\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4$  sebesar 4,79%. Sehingga dapat disimpulkan  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  adalah pereduksi yang baik dibandingkan  $\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4$ .

Menurut ASTM Senyawa  $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$  merupakan pereduksi yang kuat dan keberadaannya mudah di dapat tetapi menurut penelitian Rahayu (2007) pereduksi  $\text{NH}_2\text{O}.\text{HCl}$  perlu perlakuan khusus yaitu harus digunakan saat itu juga setelah di buat.

Pangastuti (2017) melakukan penelitian penentuan kadar besi dengan membandingkan kondisi optimum Natrium Tiosulfat ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ) dan Hidroksilamin Hidroklorid ( $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$ ), dimana  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  mempunyai aktivitas yang lebih baik karena konsentrasi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  yang dibutuhkan lebih sedikit dibandingkan dengan  $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$  yaitu 10 ppm  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  dan 11 ppm  $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$  untuk mereduksi 5 ppm  $\text{Fe}^{3+}$ .

Berdasarkan penelitian sebelumnya, maka dalam penelitian ini dipilih pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Na}_2\text{SO}_3$ , dan  $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ . Dalam penelitian ini akan dilakukan analisis untuk menentukan optimasi dari pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Na}_2\text{SO}_3$ , dan  $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$  untuk mendapatkan pereduksi yang paling optimum.

### **1.2 Rumusan Masalah**

Dalam keadaan ion,  $\text{Fe}^{3+}$  lebih stabil dibandingkan  $\text{Fe}^{2+}$  tetapi pada keadaan senyawa kompleks  $\text{Fe}^{2+}$  lebih stabil dibandingkan  $\text{Fe}^{3+}$ . Pada analisis kadar besi dengan metode spektrofotometer UV-VIS dilakukan dengan reaksi pengompleksan terlebih dahulu. Sebelum dilakukan pengompleksan  $\text{Fe}^{3+}$  direduksi menjadi  $\text{Fe}^{2+}$  terlebih dahulu. Dalam penelitian ini digunakan pereduksi natrium tiosulfat ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ), natrium sulfit ( $\text{Na}_2\text{SO}_3$ ), dan hidrosilamin hidroklorida ( $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ ). Jadi, rumusan masalah yang diangkat dalam penelitian ini adalah diantara 3 pereduksi tersebut, manakah pereduksi yang paling bagus dalam analisis kadar besi (Fe).

### **1.3 Batasan Masalah**

Batasan masalah dalam penelitian ini menganalisis kemampuan optimum agen pereduksi  $\text{Fe}^{3+}$  menjadi  $\text{Fe}^{2+}$  dengan menentukan pH optimum, waktu optimum pembentukan kompleks, dan konsentrasi pereduksi optimum pada analisis kadar total besi (Fe).

### **1.4 Tujuan Penelitian**

Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mendapatkan pereduksi yang paling bagus dengan cara membandingkan aktivitas optimum pereduksi natrium tiosulfat ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ), natrium sulfit ( $\text{Na}_2\text{SO}_3$ ) dan hidrosilamin hidroklorida ( $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ ). Variabel yang divariasi adalah pH, waktu, dan konsentrasi pada penentuan kadar besi (Fe).

## **1.5 Manfaat**

Manfaat dari penelitian ini adalah untuk mengetahui aktivitas pereduksi natrium tiosulfat ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ), natrium sulfit ( $\text{Na}_2\text{SO}_3$ ) dan hidroksilamin hidroklorida ( $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$ ) dalam mereduksi  $\text{Fe}^{3+}$  menjadi  $\text{Fe}^{2+}$  pada penentuan kadar besi sehingga mendapatkan pereduksi yang paling optimal.

## BAB II TINJAUAN PUSTAKA

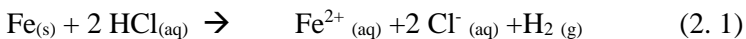
### 2.1 Besi

Besi (Fe) merupakan logam transisi dan memiliki nomor 26. Besi mempunyai bentuk berupa padatan yang mempunyai warna hitam ke abu-abuan. Besi memiliki berat atom 55,85 g/mol, titik leleh 1535 °C dan titik didih 3000 °C. (MSDS, 2013)

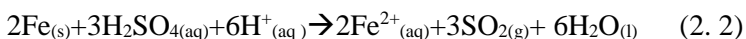
Besi diperoleh dalam bentuk mineral sehingga untuk mendapatkan besi murni harus melalui reaksi reduksi. Besi sering ditemukan dalam bentuk hematit ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ), magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ), dan mineral lain yang merupakan sumber besi yaitu limonit ( $\text{FeO}(\text{OH}) \cdot n\text{H}_2\text{O}$ ) dan siderite ( $\text{FeCO}_3$ ). (Palar, 1994)

Logam besi sangat mudah terkorosi karena sifatnya mudah teroksidasi, hal ini disebabkan karena dalam suasana asam atau di udara,  $\text{Fe}^{2+}$  akan mendonorkan elektron sehingga menjadi  $\text{Fe}^{3+}$ . Sedangkan pada suasana basa  $\text{Fe}^{3+}$  akan menerima elektron sehingga tereduksi kembali menjadi  $\text{Fe}^{2+}$ . (Pauling 1988).

Besi merupakan logam yang mudah ditempa, asam klorida (HCl) baik dalam bentuk encer maupun pekat, dapat melarutkan besi dengan menghasilkan garam-garam besi (II) dan gas hidrogen. Reaksi yang terjadi antara besi dengan HCl dapat dilihat pada persamaan reaksi 2.1



Asam sulfat pekat dan panas dapat melarutkan besi dan menghasilkan ion besi (II) dan belerang oksida, sedangkan asam nitrat panas, dapat melarutkan besi membentuk ion besi (III) dan gas nitrogen. Reaksi yang terjadi dapat dilihat pada persamaan reaksi 2.2 dan 2.3



(Vogel, 1990)

Besi merupakan salah satu mineral yang dibutuhkan oleh tubuh manusia. Besi yang dapat dikonsumsi oleh tubuh tentunya bukan dalam bentuk logam padat, tetapi dalam bentuk ionnya yaitu Fe(II) dan Fe(III). (Cotton, 1989). Besi penting untuk kesehatan manusia, dan besi yang terakumulasi mengendap dalam tubuh sebagai ferritin, dimana apabila kadarnya dibawah 12 µg/L menunjukkan tubuh kekurangan besi yang dapat menyebabkan anemia. (Aggett, et.all, 2002). Mineral yang mengandung besi dapat dilihat pada Gambar 2.1

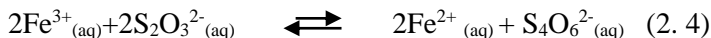


Gambar 2. 1 Mineral yang Mengandung Besi

## 2.2 Natrium Tiosulfat

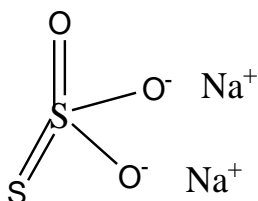
Natrium Tiosulfat merupakan senyawa yang mempunyai rumus kimia  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ . Natrium Tiosulfat berbentuk padatan kristal putih yang umumnya dijumpai berupa pentahidrat, mempunyai berat molekul 248, 19 g/mol. Titik didih dalam keadaan pentahidrat yaitu  $>100^\circ\text{C}$  dan titik leleh dalam keadaan pentahidrat yaitu  $48^\circ\text{C}$ . (MSDS,2013)

$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  dapat berfungsi sebagai pereduksi Fe (III) menjadi Fe (II) dan merupakan pereduksi kuat. (Subiyakto, 2001). Reaksi reduksi yang terjadi antara Fe (III) dengan natrium tiosulfat dapat dilihat pada persamaan reaksi 2.4



Untuk membuat larutan baku  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  harus distandarisasi terhadap suatu standar primer sebelum digunakan karena merupakan larutan standar sekunder yang mudah terpengaruh oleh

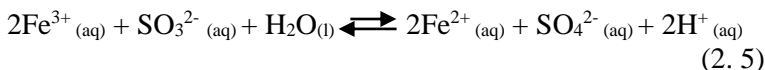
pH rendah, sinar matahari, dan adanya bakteri yang memanfaatkan S (belerang). Pada pH rendah tiosulfat dapat berubah menjadi asam sulfit, namun kesalahan karena pH ini sangat kecil karena reaksi pembentukan sangat lambat, pH optimum larutan ini adalah 9-10. Sedangkan adanya bakteri yang memakan belerang mengakibatkan pembentukan  $\text{SO}_3^{2-}$ ,  $\text{SO}_4^{2-}$  dan belerang koloidal. Belerang ini akan menyebabkan kekeruhan dan bila timbul kekeruhan larutan harus dibuang. Akibat pengaruh tersebut, larutan natrium tiosulfat ini tidak stabil dalam waktu lama. (Sugiarso, 1999). Struktur Natrium Tiosulfat dapat dilihat pada Gambar 2.2



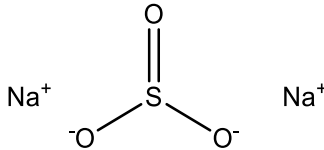
Gambar 2. 2 Struktur Natrium Tiosulfat

### 2.3 Natrium Sulfit

Natrium Sulfit merupakan senyawa yang mempunyai rumus kimia  $\text{Na}_2\text{SO}_3$ . Natrium Sulfit berbentuk padatan kristal putih yang mempunyai berat molekul 126,04 g/mol. (MSDS, 2013). Reaksi reduksi yang terjadi antara besi (III) dengan natrium sulfit dapat dilihat pada persamaan reaksi 2.5



Natrium Sulfit adalah senyawa yang relatif stabil dimana tidak mudah teroksidasi menjadi sulfit hidrat. Dekomposisi natrium sulfit karena adanya pemanasan akan mengakibatkan zat beracun dan korosif seperti natrium oksida. (Zapata, dkk. 2017). Natrium Sulfit dapat larut dalam air. Natrium sulfit digunakan untuk pengawet makanan, membuat pulp pada industri kertas, pengolahan air, dan fotografi. (Clough, 2014). Struktur Natrium Sulfit dapat dilihat pada Gambar 2.3

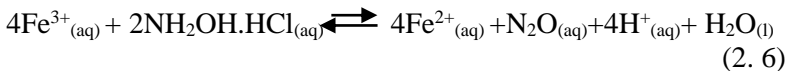


Gambar 2. 3 Struktur Natrium Sulfit

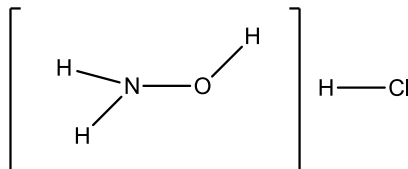
## 2.4 Hidroksilamin Hidroklorida

Hidroksilamin hidroklorida merupakan senyawa yang mempunyai rumus kimia  $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$ . Hidroksilamin hidroklorida adalah padatan kristalin yang mempunyai berat molekul 69,49 g/mol, dan titik leleh sebesar  $151^\circ\text{C}$ . (MSDS, 2013)

Hidroksilamin hidroklorida adalah garam asam klorida dari hidroksilamin. Hidroksilamin hidroklorida mudah larut dalam gliserol dan propilen glikol. Hidroksilamin hidroklorida harus digunakan setelah pembuatan. Reaksi reduksi yang terjadi antara besi (III) dengan hidroksilamin hidroklorida dapat dilihat pada persamaan reaksi 2.6



Hidroksilamin hidroklorida digunakan untuk inhibitor korosi, aditif, bahan awal antioksidan, obat-obatan, bahan kimia pertanian manufaktur, industri karet, plastik, fiksasi untuk pewarna tekstil, pembantu di beberapa proses pencelupan, sebagai bantuan ekstraksi logam dan flotasi, stabilizer warna, emulsi aditif pada film, sebagai antioksidan asam lemak dan sabun. (Rahayu, dkk, 2007). Struktur Hidroksilamin Hidroklorida dapat dilihat pada Gambar 2.4

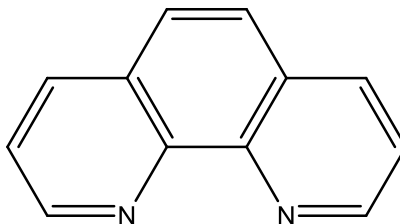


Gambar 2. 4 Struktur Hidroksilamin Hidroklorida



## 2.5 1,10-Fenantrolin

1,10-Fenantrolin (orto-fenantrolin) merupakan senyawa yang mempunyai rumus kimia  $C_{12}H_8N_2 \cdot H_2O$ . Orto-Fenantrolin mempunyai bentuk berupa serbuk berwarna putih, yang sering dijumpai dalam bentuk monohidratnya. Dalam keadaan monohidrat mempunyai berat molekul sebesar 198,22 g/mol dan titik leleh 93,5 °C. (MSDS, 2013). Struktur 1,10-Fenantrolin dapat dilihat pada Gambar 2.5



Gambar 2. 5 Struktur 1,10-Fenantrolin

Senyawa 1,10-Fenantrolin mempunyai 2 buah atom nitrogen yang terletak sedemikian rupa dalam molekulnya sehingga kedua atom nitrogen dapat membentuk ikatan kovalen dengan ion besi (II). (Rivai, 1995). Besi (II) bereaksi dengan 1,10-fenantrolin membentuk kompleks merah jingga Fe(II)-Fenantrolin. Intensitas warnanya tidak tergantung pada keasaman dalam kisaran pH 2 sampai 9 dan stabil dalam waktu yang lama. Besi(II) dapat direduksi dengan hidroksilamin hidroklorida atau dengan hidrokuinon. Kompleks Fe(II)-1,10-fenantrolin dapat diekstrak dengan nitrobenzena dan diukur 515 nm terhadap blanko. Besi (II) maupun besi (III) dapat ditetapkan secara spektrofotometri UV-VIS. Kompleks besi (II) berwarna merah jingga menyerap sinar tampak 515 nm. Baik Fe(II) maupun Fe(III) yang berwarna kuning memiliki absorbansi yang identik pada 396 nm. Larutan yang bersifat sedikit asam oleh asam sulfat diolah dengan 1,10-fenantrolin dan dibuffer dengan kalium hidrogen ftalat. (Vogel, 1985).

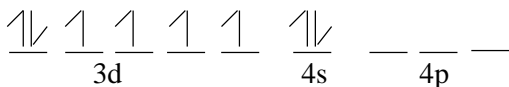
## 2.6 Senyawa Kompleks

Senyawa Kompleks adalah senyawa yang tersusun dari suatu ion logam pusat dengan satu atau sebuah ligan yang menyumbangkan pasangan elektron bebasnya kepada ion logam atau pusat. Ion logam pusat merupakan unsur transisi, yang dapat menerima pasangan elektron bebas dari ligan. Donasi pasangan elektron ligan kepada ion logam pusat menghasilkan ikatan kovalen koordinasi sehingga senyawa kompleks disebut senyawa koordinasi. (Huhey, 1993)

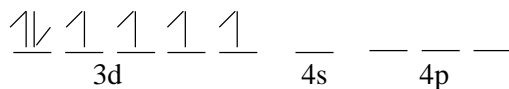
Syarat terbentuknya senyawa kompleks adalah sebagai berikut :

- Lebih mudah terbentuk jika ukuran atau jari-jari ion atas atom pusatnya kecil, namun memiliki muatan besar
- Ion tersebut mempunyai orbital kosong dengan tingkat energi yang kurang lebih sama. (Arsyad, 2000)

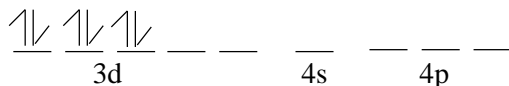
Contoh senyawa kompleks yaitu Fe(II)-Fenantrolin. Logam Fe merupakan salah satu logam transisi, yang dapat membentuk senyawa kompleks, hal ini karena logam Fe memiliki orbital *d* yang belum terisi penuh. Logam Fe memiliki konfigurasi dan hibridisasi sebagai berikut :



Kadaan dasar :



Eksitasi :



Kompleks Fe(II)-Fenantrolin :

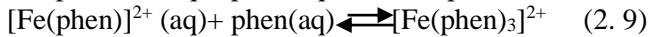
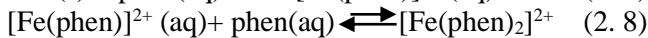
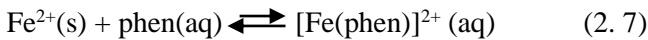


Keterangan :

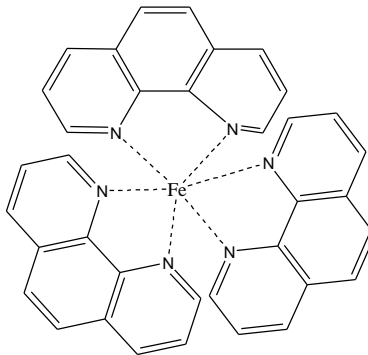
●● :Merupakan pasangan elektron bebas dari ligan *o-Phen*

$\uparrow\downarrow$  : Merupakan pasangan elektron bebas dari logam Fe

Dengan 1,1-fenantrolin, Fe (II) dengan panjang gelombang 508 nm dapat membentuk kompleks yang stabil berwarna merah yang disebut sebagai Ferroin. Senyawa kompleks ini stabil pada interval pH 2-9 (Lazic dkk., 2010). Langkah-langkah pembentukan Ferroin dapat dilihat pada persamaan reaksi 2.7 sampai persamaan reaksi 2.9



Struktur senyawa kompleks Fe(II)-Fenantrolin dapat dilihat pada Gambar 2.6



Gambar 2. 6 Struktur Senyawa Kompleks Fe(II)-Fenantrolin

## 2.7 Larutan Buffer

Larutan buffer atau larutan penyangga adalah suatu larutan yang mengandung asam basa konjugat. Penambahan dengan larutan buffer ini akan menolak adanya penambahan ion  $\text{H}^+$  maupun ion  $\text{OH}^-$  dengan kata lain penambahan larutan buffer tidak akan merubah pH secara signifikan. (Vogel, 1985)

Pada umumnya larutan buffer terdiri dari asam lemah HA dan basa  $A^-$  konjugasinya (biasanya berupa garam natrium dan kalium), atau basa lemah BOH dan  $B^+$  konjugasinya (biasanya berupa garam klorida atau nitrat). Ion hidrogen dari asam akan berikatan dengan basa dalam buffer saat penambahan asam kuat. Saat penambahan basa kuat, ion hidroksil dari basa berikatan dengan asam dalam buffer. Kemampuan buffer untuk menahan perubahan pH sebanyak satu unit saat penambahan sejumlah asam kuat atau basa kuat disebut kapasitas buffer. Kedua bahan pasangan asam bas harus berada pada konsentrasi yang cukup.

Konsentrasi ion hidrogen dapat dihitung dari tinjauan-tinjauan tentang kesetimbangan kimia. Sebagai contoh adalah suatu buffer yang terdiri dari suatu asam lemah dan garamnya. Maka dapat diketahui kesetimbangan dissosiasinya yang terdapat pada larutan akan dijelaskan pada persamaan reaksi 2.10 (Vogel,1985)



Tetapan kesetimbangan dapat dinyatakan sebagai :

$$K_a = \frac{[H^+][A^-]}{[HA]} \quad (2. 11)$$

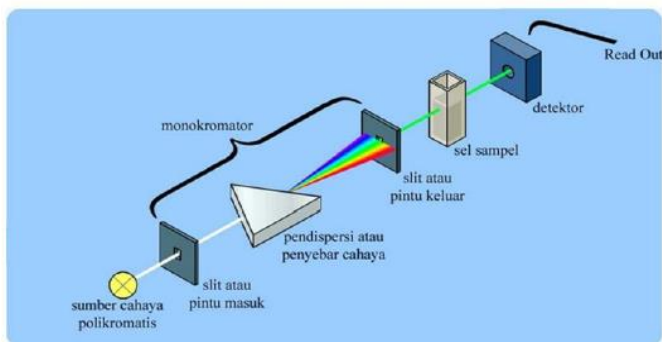
Dimana konsentrasi hidrogen ditetapkan sebagai :

$$[H^+] = K_a \frac{[HA]}{[A^-]} \quad (2. 12)$$

## 2.8 Spektrofotometer UV-VIS

Spektrofotometer UV-VIS adalah alat untuk mengukur transmisi atau absorbansi suatu sampel sebagai fungsi panjang gelombang. (Day dan Underwood, 1993). Sinar ultraviolet (UV) mempunyai panjang gelombang antara 200-400 nm, dan sinar tampak (visible) mempunyai panjang gelombang 400-750 nm.

Spektrofotometer lebih banyak digunakan untuk analisis kuantitatif dibanding kualitatif karena melibatkan energi elektronik yang cukup besar pada molekul yang dianalisis. (Rohman, 2007). Sistem kerja spektrofotometer UV-VIS dapat dilihat pada Gambar 2.7



Gambar 2. 7 Sistem Kerja Spektrofotometer UV-VIS

Prinsip kerja dari spektrofotometer UV-VIS adalah dengan menyerap cahaya atau energi radiasi suatu senyawa dimana terdapat ketentua bahwa senyawa yang diukur harus dalam bentuk larutan dan berwarna. Cahaya dari spektrofotometer yang bersifat polikromatis diteruskan melalui lensa menuju monokrometer yang berfungsi mengubah cahaya polikromatis menjadi monokromatis. Berkas cahaya monokromatis dilewatkan pada sampel dengan konsentrasi tertentu yang mengakibatkan eksitasi elektron. Lalu elektron mengalami relaksasi dengan memancarkan energi lalu ditangkap dan diterjemahkan oleh detektor. (Day, 1989)

Analisis spektrofotometer UV-VIS didasarkan pada penyerapan sinar dengan intensitas tertentu sebagai energi dalam transisi elektron yang tidak berpasangan berada pada orbital transisi (orbital d). Suatu cuplikan yang menyerap sinar tampak dikarakteristikan sebagai senyawa yang secara visual berwarna. Cuplikan yang berwarna akan menyerap sinar warnanya sendiri dan meneruskan warna komplementernya. Warna yang diserap dan

warna komplementer dari berbagai macam panjang gelombang dapat dilihat pada Tabel 2.1 (Skoog, 1996)

Tabel 2. 1 Panjang gelombang, warna yang diserap, dan warna komplementer

<b>Panjang Gelombang</b>	<b>Warna yang diserap</b>	<b>Warna Komplementer</b>
400-435	Kuning	Hijau kekuningan
435-480	Biru	Kuning
480-490	Biru kehijauan	Jingga
490-500	Hijau kebiruan	Merah
500-595	Hijau	Ungu kemerahan
595-610	Jingga	Biru kehijauan
610-680	Merah	Hijau kebiruan
680-700	Ungu kemerahan	Hijau

Prinsip penentuan spektrofometer UV-VIS adalah aplikasi dari Hukum Lambert-Beer, yaitu :

$$A = -\log T = -\log I_t / I_o = \epsilon \cdot b \cdot C \quad (2. 13)$$

Keterangan :

A = Absorbansi dari sampel yang diukur

T = Transmittasi

I<sub>o</sub> = Intesitas sinar masuk

I<sub>t</sub> = Intesitas sinar yang ditruskan

ε = Kefisien ekstingsi

b = Tebal kuvet UV-VIS yang digunakan

C = Kosentrasi dari sampel

(Khopkar, 2003)

## 2.9 Validasi Metode

Validasi suatu metode merupakan langkah penting untuk memberikan penilaian terhadap parameter tertentu untuk

membuktikan parameter tersebut telah memenuhi persyaratan penggunaan. Beberapa parameter analisis yang harus dipertimbangkan dalam validasi suatu metode analisis adalah sebagai berikut :

### 2.9.1 Linearitas

Linearitas adalah kemampuan metode analisis memberikan respon proporsional terhadap konsentrasi analit dalam sampel. Rentang metode adalah pernyataan batas terendah dan tertinggi yang sudah ditunjukkan dapat ditetapkan dengan kecermatan, keseksamaan, dan Linearitas yang dapat diterima. Linearitas biasanya dinyatakan dalam istilah variasi sekitar arah garis regresi yang dihitung berdasarkan persamaan matematik data yang diperoleh dari hasil uji analit dalam sampel dengan berbagai konsentrasi analit. Perlakuan matematik dalam pengujian Linearitas adalah melalui persamaan garis lurus dengan metode kuadrat terkecil antara hasil analisis terhadap konsentrasi analit. (Riyanto, 2014 )

Linearitas dapat dinyatakan dengan koefisien relasi ( $r^2$ ) yang berfungsi untuk menaksir seberapa baik kumpulan titik percobaan itu sesuai dengan garis lurus. Adapun koefisien korelasi dapat diperoleh dengan persamaan 2.14

$$r = \frac{\sum (x - \bar{x})(y - \bar{y})}{\sqrt{\sum (x - \bar{x})^2 \sum (y - \bar{y})^2}} \quad (2.14)$$

x dan y merupakan titik-titik pada suatu garis dengan persamaan  $y = Bx + A$ . Bila r negatif menunjukkan korelasi bernilai negatif sempurna dimana semua titik percobaan terletak pada garis lurus yang negatif lerengnya. Hasil r positif menunjukkan korelasi positif sempurna dimana semua titik percobaan terletak pada garis lurus yang positif lerengnya. Nilai r adalah 0 menunjukkan tidak ada korelasi antara x dan y dari persamaan yang terbentuk. Dari

persamaan tersebut menunjukkan bahwa  $r$  dapat mempunyai nilai dalam rentang  $-1 \leq r \leq 1$ . (Butler, 2005)

Banyak pasangan titik dalam perhitungan sehingga dilakukan uji-t untuk mengetahui apakah koefisien memang berarti. Uji-t dinyatakan pada persamaan 2.15

$$t = |r| \frac{\sqrt{(n-2)}}{\sqrt{(1-r^2)}} \quad (2.15)$$

Ketika nilai  $t$  hasil perhitungan dibandingkan dengan nilai  $t$  dalam tabel pada selang kepercayaan yang diinginkan, memakai uji-t dua arah dan derajat kebebasan  $(n-2)$ .  $H_0$  adalah tidak ada korelasi  $x$  dan  $y$ .  $H_1$  adalah ada korelasi  $x$  dan  $y$ . Apabila  $t_{hitung} > t_{tabel}$ , maka  $H_0$  ditolak yang berarti ada korelasi antara  $x$  dan  $y$ . (Miller, 1991)

## 2.9.2 Akurasi

Akurasi adalah ukuran yang menunjukkan derajat kedekatan hasil analisis dengan kadar analit yang sebenarnya. Kecermatan dinyatakan sebagai persen *recovery* analit yang ditambahkan. Untuk akurasi yang tinggi dapat dilakukan dengan mengurangi galat sistematik seperti menggunakan pelarut dan pereaksi yang baik, peralatan yang telah dikalibrasi, pengontrolan suhu, dan pelaksanaan prosedur dengan cermat. (Harmita, 2004). Akurasi dapat dihitung dengan persamaan 2.16

$$\% \text{ Perolehan kembali (recovery)} = \frac{(Cx)}{(Cs)} \times 100\% \quad (2.16)$$

Keterangan :

$C_x$  = konsentrasi logam yang ditentukan dalam cuplikan

$C_s$  = konsentrasi larutan standar logam yang ditambahkan pada cuplikan

(Mulya, 1998)



### 2.9.3 Presisi

Presisi adalah ukuran kedekatan antar serangkaian hasil analisis yang diperoleh dari beberapa kali pengukuran pada sampel homogen yang sama. Presisi dapat dievaluasi dengan menentukan standar deviasi relatif tiap konsentrasi. (Rohman A, 2009). Kriteria data-data pengamatan dikatakan presisi jika  $RSD < 20$  ppt dan  $CV < 2\%$ .

*Standard Deviation* (SD), *Relative Standard Deviation* (RSD), dan *Coefficient of Variation* (CV) dapat diperoleh dari persamaan 2.17; 2.18; dan 2.19

$$SD = \sqrt{\frac{\sum(xi-X)^2}{n-1}} \quad (2.17)$$

$$RSD = \frac{SD}{X} \times 1000 \text{ ppt} \quad (2.18)$$

$$CV = \frac{SD}{X} \times 100 \% \quad (2.19)$$

Keterangan

$X_i$  = hasil penentuan dengan suatu metode tertentu

$X$  = rata-rata hasil penentuan

$n$  = jumlah pengulangan

***“Halaman ini sengaja dikosongkan”***

## **BAB III**

### **METODOLOGI**

#### **3.1 Alat dan Bahan**

Alat yang digunakan dalam penelitian ini antara lain gelas beaker, erlenmeyer, gelas ukur, labu ukur, neraca analitik, pipet tetes, pipet ukur, propipet, corong, kaca arloji, spatula, pH meter digital, hotplate, botol semprot, kuvet, spektrofotometer UV-VIS.

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain besi (III) klorida heksahidrat ( $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) (*Merck*), 1,10-Fenantrolin ( $\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2$ ) (*Merck*), natrium tiosulfat pentahidrat ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ), natrium sulfat ( $\text{Na}_2\text{SO}_3$ ) 99 % (*SPAM Chemical*), hidroksilamin hidroklorida ( $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$ ) (*Merck*), aqua DM, natrium asetat ( $\text{CH}_3\text{COONa}$ ) (*Merck*), asam asetat (*Merck*), aseton 99 % (*SPAM Chemical*).

#### **3.2 Prosedur Kerja**

##### **3.2.1 Pembuatan Larutan Standar Fe (III) 100 ppm**

Larutan standar  $\text{Fe}^{3+}$  di buat dengan cara melarutkan  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  sebanyak 0,0484 gram dalam gelas kimia yang berisi sedikit aqua DM. Larutan yang terbentuk kemudian di masukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan di encerkan hingga tanda batas. (Muzdalifah, 2017)

##### **3.2.2 Pembuatan Larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 100 ppm**

Larutan  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  di buat dengan melarutkan  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  sebanyak 0,0157 gram dalam gelas kimia yang berisi sedikit aqua DM. Larutan yang terbentuk kemudian di masukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan di encerkan sampai tanda batas. (Pangastuti, 2017)

##### **3.2.3 Pembuatan Larutan $\text{Na}_2\text{SO}_3$ 1000 ppm**

Larutan  $\text{Na}_2\text{SO}_3$  dibuat dengan melarutkan  $\text{Na}_2\text{SO}_3$  sebanyak 0,1000 gram dalam gelas kimia yang berisi sedikit aqua DM. larutan yang terbentuk kemudian di masukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan sampai tanda batas.

### **3.2.4 Pembuatan Larutan $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$ 100 ppm**

Larutan  $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$  dibuat dengan melarutkan  $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$  sebanyak 0,0100 gram dalam gelas kimia yang berisi sedikit aqua DM. larutan yang terbentuk kemudian di masukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan sampai tanda batas. (Pangastuti, 2017)

### **3.2.5 Pembuatan Larutan 1,10-Fenantrolin 1000 ppm**

Larutan 1,10-Fenantrolin ( $\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2$ ) dibuat dengan melarutkan 0,1000 gram padatan Fenantrolin ke dalam gelas kimia 100 mL dan ditambahkan 50 mL aqua DM. Campuran tersebut dipanaskan dengan suhu  $60^\circ\text{C}$  sambil diaduk. Lalu larutan didiamkan hingga dingin dan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL. Lalu diencerkan dengan aqua DM hingga tanda batas. (Muzdalifah, 2017)

### **3.2.6 Pembuatan Larutan Buffer Asetat**

Larutan Buffer Asetat pH 4,5 dibuat dengan melarutkan padatan natrium asetat ( $\text{CH}_3\text{COONa}$ ) sebanyak 1,3100 gram dalam gelas kimia dengan sedikit aqua DM hingga larut. Larutan buffer asetat pH 4,5 dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL kemudian ditambahkan 5 mL asam asetat dan diencerkan dengan aqua DM hingga tanda batas. Selanjutnya larutan buffer asetat divariasi pH-nya yaitu : 3,0 ; 3,5 ; 4,0 ; 4,5 ; 5,0. pH larutan diukur dengan pH meter. (Muzdalifah, 2017)

### **3.2.7 Pembuatan Larutan Blanko**

Larutan  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  atau  $\text{Na}_2\text{SO}_3$  atau  $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$  100 ppm diambil sebanyak 1,1 mL dan dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL, lalu ditambah 1,5 mL 1,10-Fenantrolin 1000 ppm, 1,5 mL buffer asetat pH 4,5 dan 5 mL aseton. Lalu diencerkan dengan aqua DM hingga tanda batas. (Muzdalifah, 2017)

### **3.2.8 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum**

Larutan standar Fe (III) 100 ppm sebanyak 0,5 mL dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL, lalu ditambahkan 1,1 mL larutan  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  atau  $\text{Na}_2\text{SO}_3$  atau  $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$  100 ppm dan

didiamkan selama 3 menit, lalu ditambahkan 1,5 mL buffer asetat pH 4,5. Kemudian campuran ditambah 5 mL aseton dan diencerkan dengan aqua DM hingga tanda batas. Setelah itu di kocok dan di diamkan 15 menit lalu diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer sebanyak dua kali dengan larutan blanko sebagai pembanding. Data yang diperoleh dibuat kurva untuk menentukan besarnya panjang gelombang maksimum yaitu absorbansi (A) terhadap panjang gelombang yang diperoleh. (Muzdalifah, 2017)

### **3.2.9 Penentuan pH Optimum Larutan Buffer Asetat**

Larutan standar Fe (III) 100 ppm sebanyak 0,5 mL dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL, lalu ditambahkan 1,1 mL larutan  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  atau  $\text{Na}_2\text{SO}_3$  atau  $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$  100 ppm dan 1,5 mL buffer asetat dengan variasi pH 3,0 ; 3,5 ; 4,0 ; 4,5 ; 5,0 dan diamkan selama 3 menit. Kemudian campuran ditambah 1,5 mL Fenantrolin 1000 ppm dan 5 mL aseton lalu diencerkan dengan aqua DM hingga tanda batas. Setelah itu di kocok dan di diamkan 15 menit lalu diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer sebanyak dua kali. Data absorbansi yang diperoleh digunakan untuk pembuatan kurva kalibrasi antara absorbansi dengan pH buffet asetat, sehingga dari kurva tersebut diperoleh pH optimum dari buffer asetat. (Pangastuti, 2017)

### **3.2.10 Penentuan Konsentrasi Optimum Pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$**

Larutan standar Fe (III) 100 ppm sebanyak 0,5 mL dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL, lalu ditambahkan mL larutan  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  dengan variasi 0,5; 0,7; 0,9; 1,1; 1,3; dan 1,5 mL sebagai pereduksi dan didiamkan selama 3 menit. Lalu ditambahkan 1,5 mL buffer asetat dengan pH optimum. Kemudian campuran ditambah 1,5 mL Fenantrolin 1000 ppm dan 5 mL aseton lalu diencerkan dengan aqua DM hingga tanda batas. Setelah itu di kocok dan di diamkan 15 menit lalu diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer sebanyak dua kali. Data absorbansi yang diperoleh digunakan untuk pembuatan kurva antara absorbansi dengan konsentrasi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ , sehingga dari kurva tersebut diperoleh konsentrasi optimum dari  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ . (Pangastuti, 2017)

### **3.2.11 Penentuan Konsentrasi Optimum Pereduksi $\text{Na}_2\text{SO}_3$**

Larutan standar Fe (III) 100 ppm sebanyak 0,5 mL dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL, lalu ditambahkan mL larutan  $\text{Na}_2\text{SO}_3$  1000 ppm dengan variasi 0,4; 0,5; 0,6; 0,7; dan 0,8 mL sebagai pereduksi dan didiamkan selama 3 menit. Lalu ditambahkan 1,5 mL buffer asetat dengan pH optimum. Kemudian campuran ditambah 1,5 mL Fenantrolin 1000 ppm dan 5 mL aseton lalu diencerkan dengan aqua DM hingga tanda batas. Setelah itu di kocok dan di diamkan 15 menit lalu diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer sebanyak dua kali. Data absorbansi yang diperoleh digunakan untuk pembuatan kurva antara absorbansi dengan konsentrasi  $\text{Na}_2\text{SO}_3$ , sehingga dari kurva tersebut diperoleh konsentrasi optimum dari  $\text{Na}_2\text{SO}_3$ . (Pangastuti, 2017)

### **3.2.12 Penentuan Konsentrasi Optimum Pereduksi $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$**

Larutan standar Fe (III) 100 ppm sebanyak 0,5 mL dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL, lalu ditambahkan mL larutan  $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$  100 ppm dengan variasi 0,5; 0,6; 0,7; 0,8; 0,9; 1,0; 1,1 dan 1,2 mL sebagai pereduksi dan didiamkan 3 menit. Lalu ditambahkan 1,5 mL buffer asetat dengan pH optimum. Kemudian campuran ditambah 1,5 mL Fenantrolin 1000 ppm dan 5 mL aseton lalu diencerkan dengan aqua DM hingga tanda batas. Setelah itu di kocok dan di diamkan 15 menit lalu diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer sebanyak dua kali. Data absorbansi yang diperoleh digunakan untuk pembuatan kurva antara absorbansi dengan konsentrasi  $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$ , sehingga dari kurva tersebut diperoleh konsentrasi optimum dari  $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$ . (Pangastuti, 2017)

### **3.2.13 Penentuan Waktu Optimum Pereduksi**

Larutan standar Fe (III) 100 ppm sebanyak 0,5 mL dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL, lalu ditambahkan 1,1 mL larutan  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  atau  $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$  100 ppm sebagai pereduksi atau untuk pereduksi  $\text{Na}_2\text{SO}_3$  1000 ppm ditambahkan 0,6 ml dan didiamkan selama 3 menit. Selanjutnya ditambahkan 1,5 mL buffer

asetat dengan pH optimum. Kemudian campuran ditambah 1,5 mL Fenantrolin 1000 ppm dan 5 mL aseton lalu diencerkan dengan aqua DM hingga tanda batas. Setelah itu di kocok dan di variasi waktu pendiaman yaitu 0;15;30;45;60 menit lalu diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer sebanyak dua kali. Data absorbansi yang diperoleh digunakan untuk pembuatan kurva antara absorbansi dengan kosentrasi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  atau  $\text{Na}_2\text{SO}_3$  atau  $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ , sehingga dari kurva tersebut diperoleh waktu optimum dari  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  atau  $\text{Na}_2\text{SO}_3$  atau  $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ . (Pangastuti, 2017)

***“Halaman ini sengaja dikosongkan”***



## **BAB IV**

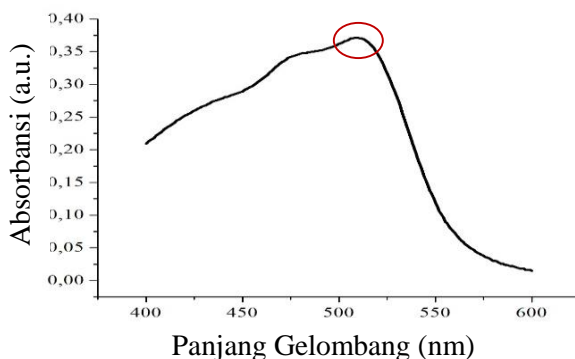
### **HASIL DAN PEMBAHASAN**

#### **4.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Besi**

Analisis kadar besi (Fe) menggunakan metode spektrofotometer UV-VIS diawali dengan menentukan panjang gelombang maksimum. Panjang gelombang maksimum ditentukan dengan panjang gelombang yang mempunyai absorbansi tertinggi, karena mempunyai kepekaan yang maksimal sehingga dapat meminimalisir kesalahan ketika dilakukan pengujian secara berulang dan memenuhi hukum kurva absorbansi Lambert-Beer (Muzdalifah, 2013). Absorbansi yang terbaca pada spektrofotometer hendaknya 0,2 sampai 0,8. (Rohman, A. 2007)

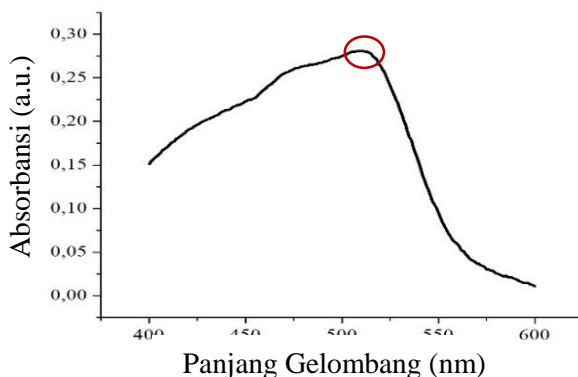
Penentuan panjang gelombang maksimum dilakukan pada cuplikan yang mengandung Fe dan pada penelitian ini digunakan  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ . Fe dengan konsentrasi 5 ppm dimasukkan dalam labu ukur 10 ml. Selanjutnya direduksi dengan 11 ppm  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  (Natrium Tiosulfat) atau 8 ppm  $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$  (hidroksilamin hidroklorid) atau 80 ppm  $\text{Na}_2\text{SO}_3$  (Natrium Sulfit). Dilakukan reduksi pada Fe berfungsi untuk menstabilkan Fe(III) menjadi Fe (II). Selanjutnya, ditambahkan 1,5 ml larutan buffer asetat pH 4,5 untuk menyangga pH larutan. Lalu ditambahkan 1,5 ml 1,10-fenantrolin 100 ppm sebagai ligan untuk membentuk senyawa kompleks dan memberikan warna jingga. Selanjutnya, ditambahkan 5 ml aseton sebagai pelarut untuk menjaga kestabilan kompleks dan menambah kepolaran pelarut. Kemudian diencerkan dengan aqua demineralisasi (DM) hingga tanda batas pada labu ukur 10 ml. Untuk pengukuran panjang gelombang maksimal juga dibutuhkan blanko. Blanko berfungsi sebagai larutan pembanding untuk membuat titik nol konsentrasi pada pengukuran absorbansi kompleks Fe(II)-Fenantrolin. Selanjutnya, panjang gelombang maksimum dari kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  atau  $\text{Na}_2\text{SO}_3$  atau  $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$  ditentukan dengan spektrofotometer UV-VIS GENESYS tipe 10S. Karena warna komplementer kompleks Fe(II)-Fenantrolin adalah jingga sehingga pengukuran dilakukan pada rentang panjang gelombang UV-VIS yaitu 400-600 nm dengan interval 1 nm. Gambar 4.1 adalah kurva

panjang gelombang maksimum kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  pada rentang 500-600 nm dengan interval 1 nm.



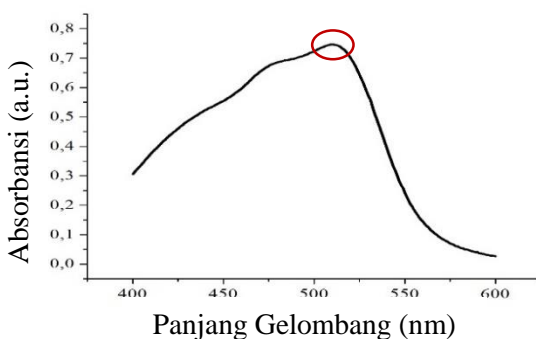
Gambar 4. 1 Kurva Panjang Gelombang Maksimum Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

Berdasarkan Gambar 4.1 dapat diketahui bahwa panjang gelombang maksimum dari kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  terletak pada panjang gelombang 510 nm dengan nilai absorbansi sebesar 0,371. Gambar 4.2 adalah kurva panjang gelombang maksimum kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi  $\text{Na}_2\text{SO}_3$  pada rentang 400-600 nm dengan interval 1 nm



Gambar 4. 2 Kurva Panjang Gelombang Maksimum Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi  $\text{Na}_2\text{SO}_3$

Pada Gambar 4.2 ditunjukkan bahwa panjang gelombang maksimum kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi  $\text{Na}_2\text{SO}_3$  terdapat pada panjang gelombang 510 nm dengan nilai absorbansi sebesar 0,281. Oleh karena itu, untuk pengujian selanjutnya dilakukan pada panjang gelombang maksimum 510 nm. Gambar 4.3 adalah kurva panjang gelombang maksimum kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi  $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$  pada rentang 400-600 nm dengan interval 1 nm



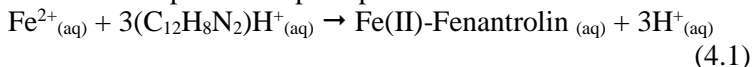
Gambar 4. 3 Kurva Panjang Gelombang Maksimum Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi  $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$

Berdasarkan Gambar 4.3 ditunjukkan bahwa panjang gelombang maksimum kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi  $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$  terdapat pada panjang gelombang 510 nm dengan nilai absorbansi sebesar 0,746. Oleh karena itu, untuk pengujian selanjutnya dilakukan pada panjang gelombang maksimum 510 nm.

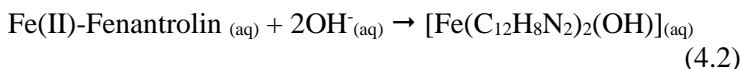
#### 4.2 Penentuan pH Optimum

Larutan kompleks Fe(II)-Fenantrolin yang berwarna jingga stabil dalam kondisi asam atau basa yaitu pada rentang pH 2-9. Namun untuk penelitian ini dilakukan dalam keadaan asam dengan menggunakan larutan buffer asetat. Buffer basa tidak dipilih dikarenakan terdapat ion  $\text{OH}^-$  dimana ion  $\text{OH}^-$  merupakan ligan yang dapat berkompetisi dengan ligan 1,10-Fenantrolin. Walaupun ligan 1,10-Fenantrolin merupakan ligan yang lebih kuat

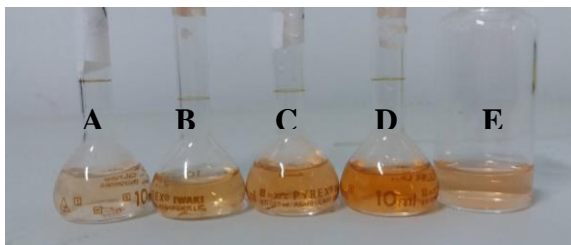
dibandingkan dengan ligan  $\text{OH}^-$ , namun ligan  $\text{OH}^-$  dapat mendesak dan menggantikan 1 molekul ligan 1,10-Fenantrolin dan membentuk senyawa kompleks  $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_2(\text{OH})_2]$  yang menunjukkan warna larutan kuning kecoklatan. (Devita, 2103). Reaksi yang terjadi antara Fe dengan 1,10-Fenantrolin dalam keadaan asam dapat dilihat pada persamaan reaksi 4.1



Sedangkan reaksi yang terjadi antara Fe dengan 1,10-Fenantrolin dalam keadaan basa dapat dilihat pada persamaan reaksi 4.2



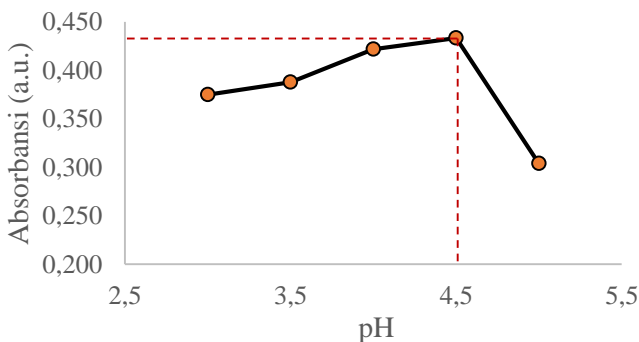
Penentuan pH optimum dilakukan untuk mendapatkan nilai pH yang paling baik dalam menjaga kestabilan kompleks Fe(II)-Fenantrolin. Dalam penelitian ini pH divariasi mulai dari pH 3,0; 3,5; 4,0; 4,5; dan 5,0. Untuk mengetahui pengaruh pH terhadap absorbansi dari larutan kompleks Fe(II)-Fenantrolin, pada penelitian ini diukur pada panjang gelombang maksimum 510 nm. Gambar 4.4 merupakan pengamatan warna kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$



Gambar 4. 4 Warna Larutan Kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  dari kiri berturut-turut pH buffer asetat A) pH 3 ; B) pH 3,5 ; C) pH 4 ; D) pH 4,5 ; E) pH 5

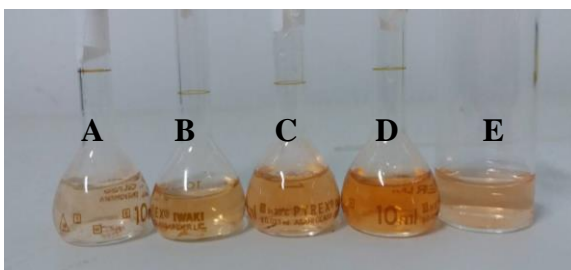
Pada Gambar 4.4 menunjukkan bahwa pH 4,5 memiliki warna kompleks Fe(II)-Fenantrolin yang paling pekat. Hal tersebut

menunjukkan pH 4,5 merupakan pH optimum dari kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ . Pengamatan warna kompleks merupakan penentuan pH optimum secara kualitatif dan secara kuantitatif, pH optimum dapat dilihat dari nilai absorbansi tertinggi. Gambar 4.5 menunjukkan plot grafik antara absorbansi dan variasi pH



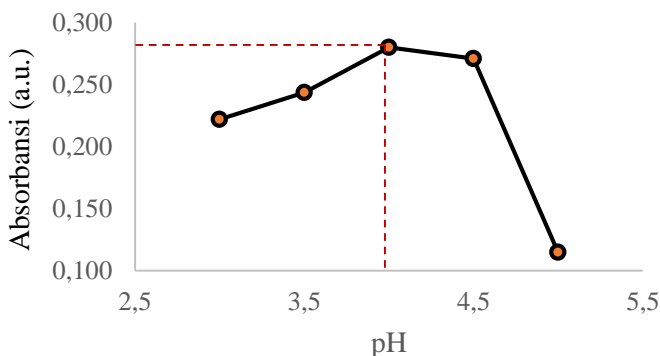
Gambar 4. 5 Kurva pH Optimum  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  Suasana Asam

Pada gambar 4.5 dapat dilihat bahwa pH optimum untuk mereduksi  $\text{Fe}^{3+}$  menjadi  $\text{Fe}^{2+}$  dengan pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  terletak pada pH 4,5 karena mempunyai nilai absorbansi paling baik yaitu 0,434 dengan nilai *Standard Deviation* (SD) =  $7,07 \times 10^{-4}$ . Selanjutnya, gambar 4.6 merupakan pengamatan warna kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi  $\text{Na}_2\text{SO}_3$



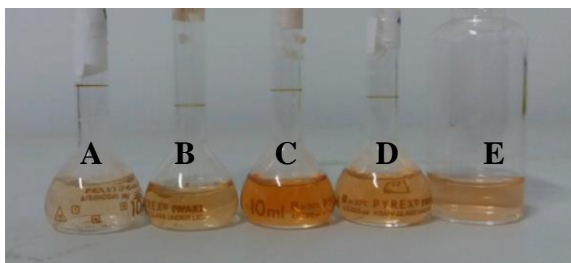
Gambar 4. 6 Warna Larutan Kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi  $\text{Na}_2\text{SO}_3$  dari kiri berturut-turut pH buffer asetat A) pH 3 ; B) pH 3,5 ; C) pH 4 ; D) pH 4,5 ; E) pH 5

Pengamatan warna kompleks merupakan metode secara kualitatif dalam menentukan aktivitas optimum. Pada Gambar 4.6 menunjukkan bahwa pH 4,5 memiliki warna kompleks Fe(II)-Fenantrolin yang paling pekat. Hal tersebut menunjukkan pH 4,5 merupakan pH optimum dari kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi  $\text{Na}_2\text{SO}_3$ . Secara kuantitatif, pH optimum dapat dilihat dari nilai absorbansi tertinggi. Gambar 4.7 menunjukkan plot grafik antara absorbansi dan variasi pH



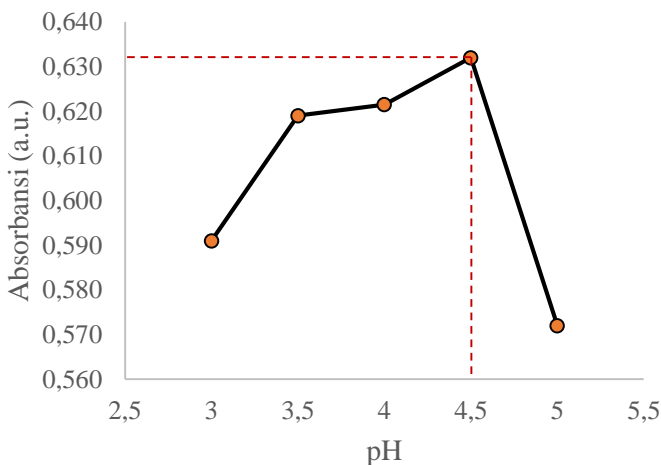
Gambar 4. 7 Kurva pH Optimum  $\text{Na}_2\text{SO}_3$  Suasana Asam

Pada Gambar 4.7 menunjukkan puncak tertinggi dan absorbansi yang paling tinggi milik pereduksi  $\text{Na}_2\text{SO}_3$  dimana menunjukkan pH optimum yaitu pH 4 dengan absorbansi 0,280 dan  $\text{SD} = 0$ . Selanjutnya, gambar 4.8 merupakan pengamatan warna kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi  $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$



Gambar 4. 8 Warna Larutan Kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi  $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$  dari kiri berturut-turut pH buffer asetat A) pH 3 ; B) pH 3,5 ; C) pH 4 ; D) pH 4,5 ; E) pH 5

Pengamatan warna kompleks merupakan penentuan pH optimum secara kualitatif. Pada Gambar 4.8 menunjukkan pH 4 merupakan pH optimum dari kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan reduksi  $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$  karena memiliki warna kompleks yang paling pekat. Secara kuantitatif, pH optimum dapat dilihat dari nilai absorbansi tertinggi. Gambar 4.9 menunjukkan plot grafik antara absorbansi dan variasi pH



Gambar 4. 9 Kurva pH Optimum  $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$  Suasana Asam

Pada Gambar 4.9 ditunjukkan bahwa pH optimum milik reduksi  $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$  yaitu pH 4,5 dengan absorbansi 0,632 dan  $\text{SD} = 0$ .

Sebelum pH 4,5 untuk  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  dan  $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$  serta pH 4 untuk  $\text{Na}_2\text{SO}_3$ , absorbansi kurang optimum dikarenakan masih ada pengaruh  $\text{H}^+$  pada larutan buffer sehingga kompleks yang terbentuk kurang stabil. Hal tersebut menunjukkan bahwa masih ada  $\text{Fe}^{2+}$  yang belum bereaksi semua dengan ligan 1,10-Fenantrolin. Sedangkan untuk pH setelah pH optimum terjadi penurunan dikarenakan berkurangnya ion  $\text{H}^+$  sehingga kompleks yang terbentuk hanya sedikit yang ditandai dengan warna jingga yang terbentuk lebih pudar

Selanjutnya, dilakukan perhitungan pada *Relative Standard Deviation* (RSD) dan *Coefficient of Variation* (CV) untuk mengetahui tingkat presisi metode optimasi pH buffer asetat. Hasil dari penelitian ini, didapatkan RSD dan CV untuk pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  berturut-turut yaitu 1,629 ppt dan 0,1629 %. Sedangkan nilai RSD dan CV untuk pereduksi  $\text{Na}_2\text{SO}_3$  berturut-turut yaitu 0 ppt dan 0 %. Untuk pereduksi  $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$  diperoleh nilai RSD dan CV berturut-turut sebesar 0 ppt dan 0 %. Berdasarkan nilai batas yang dapat diterima, dimana  $\text{RSD} < 20$  ppt dan  $\text{CV} < 2\%$  maka pH optimum buffer asetat untuk mereduksi  $\text{Fe}^{3+}$  menjadi  $\text{Fe}^{2+}$  dan dikomplekskan menjadi Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ;  $\text{Na}_2\text{SO}_3$ ; dan  $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$  baik untuk digunakan pengukuran selanjutnya.

#### 4.3 Penentuan Waktu Optimum

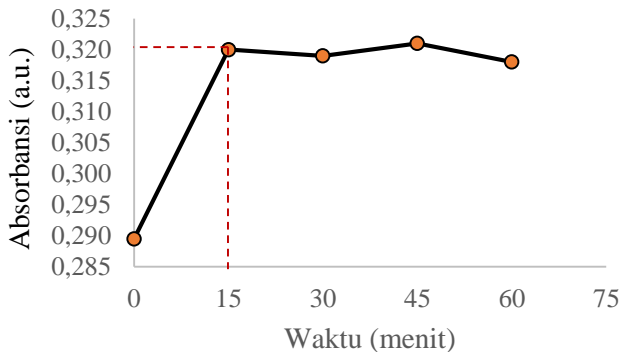
Penentuan waktu optimum pembentukan kompleks Fe(II)-Fenantrolin bertujuan untuk mengetahui berapa lama waktu yang digunakan agar semua ion  $\text{Fe}^{2+}$  dapat berikatan dengan ligan 1,10-Fenantrolin. Waktu pendiaman merupakan salah satu faktor yang mempengaruhi reaksi pembentukan kompleks stabil.  $\text{Fe}^{3+}$  direduksi dengan pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  atau  $\text{Na}_2\text{SO}_3$  atau  $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$  lalu dikomplekskan dengan 1,10-fenantrolin akan membentuk larutan berwarna yang stabil. Pengaruh lama waktu pendiaman larutan pada penelitian ini digunakan variasi waktu 0; 15; 30; 45; dan 60 menit. Penentuan waktu optimum pembentukan kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  atau  $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$  dilakukan pada pH optimum yaitu pH 4,5 atau pereduksi  $\text{Na}_2\text{SO}_3$  dilakukan pada pH optimum yaitu pH 4. Pengukuran dilakukan pada panjang gelombang maksimum yaitu 510 nm. Data yang diperoleh berupa nilai absorbansi yang kemudian di plot terhadap waktu (menit) membentuk kurva. Gambar 4.10 merupakan pengamatan warna kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$





Gambar 4. 10 Warna Larutan Kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  dari kiri berturut-turut pada Waktu Pendiaman A) 0 ; B) 15 ; C) 30 ; D) 45 ; E) 60 menit

Pengamatan warna kompleks merupakan metode secara kualitatif dalam menentukan aktivitas optimum. Pada Gambar 4.10 menunjukkan bahwa waktu pendiaman 15 menit memiliki warna kompleks Fe(II)-Fenantrolin yang paling pekat. Hal tersebut menunjukkan waktu pendiaman 15 menit merupakan waktu optimum dari kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ . Secara kuantitatif, waktu optimum dapat dilihat dari nilai absorbansi tertinggi. Gambar 4.11 menunjukkan plot grafik antara absorbansi dan variasi waktu pembentukan kompleks.



Gambar 4. 11 Kurva Waktu Optimum Pembentukan Senyawa Kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

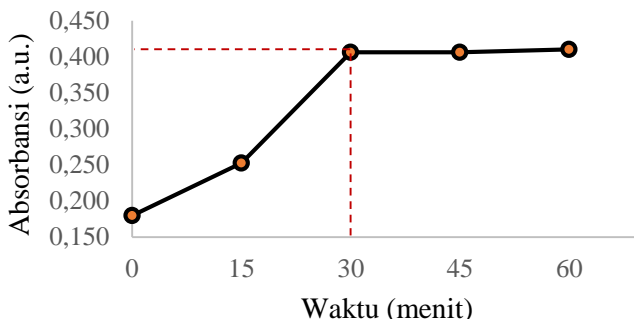
Berdasarkan gambar 4.11 terlihat bahwa waktu optimum untuk mereduksi  $\text{Fe}^{3+}$  menjadi  $\text{Fe}^{2+}$  dengan pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

yaitu 15 menit dengan absorbansi sebesar 0,320 dengan SD = 0. Selanjutnya, gambar 4.12 merupakan pengamatan warna kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi  $\text{Na}_2\text{SO}_3$



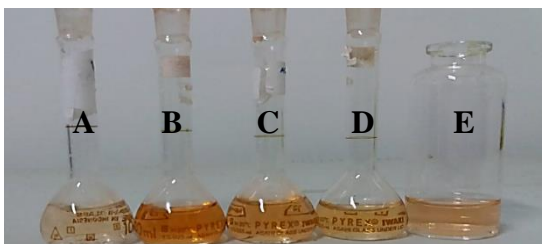
Gambar 4. 12 Warna Larutan Kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi  $\text{Na}_2\text{SO}_3$  dari kiri berturut-turut pada Waktu Pendiaman A) 0 ; B) 15 ; C) 30 ; D) 45 ; E) 60 menit

Pada Gambar 4.12 menunjukkan bahwa waktu pendiaman 30 menit memiliki warna kompleks Fe(II)-Fenantrolin yang paling pekat. Hal tersebut menunjukkan waktu pendiaman 30 menit merupakan waktu optimum dari kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi  $\text{Na}_2\text{SO}_3$ . Pengamatan warna kompleks merupakan penentuan waktu optimum secara kualitatif dan secara kuantitatif, waktu optimum dapat dilihat dari nilai absorbansi tertinggi. Gambar 4.13 menunjukkan plot grafik antara absorbansi dan variasi waktu pembentukan kompleks



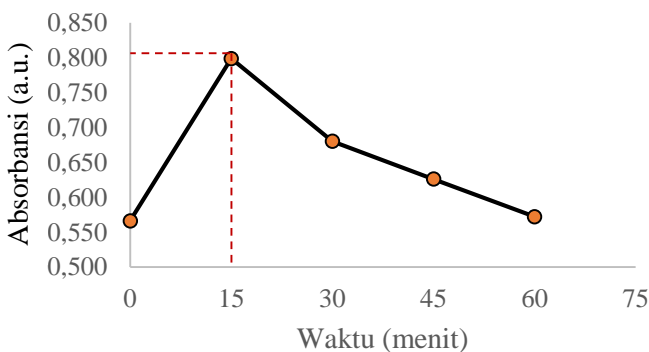
Gambar 4. 13 Kurva Waktu Optimum Pembentukan Senyawa Kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi  $\text{Na}_2\text{SO}_3$

Pada Gambar 4.13 ditunjukkan bahwa waktu optimum untuk pereduksi  $\text{Na}_2\text{SO}_3$  yaitu 30 menit dengan absorbansi 0,406 dan SD = 0. Selanjutnya, gambar 4.14 menunjukkan pengamatan warna kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi  $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$



Gambar 4. 14 Warna Larutan Kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi  $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$  dari kiri berturut-turut pada Waktu Pendiaman A) 0 ; B) 15 ; C) 30 ; D) 45 ; E) 60 menit

Pengamatan warna kompleks merupakan penentuan waktu optimum secara kualitatif. Pada Gambar 4.14 menunjukkan waktu pendiaman 15 menit merupakan waktu optimum dari kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi  $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$  karena memiliki warna kompleks yang paling pekat. Secara kuantitatif, waktu optimum dapat dilihat dari nilai absorbansi tertinggi. Gambar 4.15 menunjukkan plot grafik antara absorbansi dan variasi waktu pembentukan kompleks.



Gambar 4. 15 Kurva Waktu Optimum Pembentukan Senyawa Kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi  $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$

Pada Gambar 4.15 menunjukkan waktu optimum untuk pereduksi  $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$  yaitu 15 menit dengan absorbansi 0,799 dan  $\text{SD} = 7,07 \times 10^{-4}$ . Pendiaman larutan di atas 15 menit untuk pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  dan di atas 30 menit untuk pereduksi  $\text{Na}_2\text{SO}_3$  tidak mengubah hasil absorbansi yang cukup signifikan sedangkan untuk pereduksi  $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$  diatas 15 menit akan menurunkan absorbansi, hal ini menunjukkan bahwa kompleks  $\text{Fe(II)}$ -Fenantrolin tidak stabil dan mulai rusak.

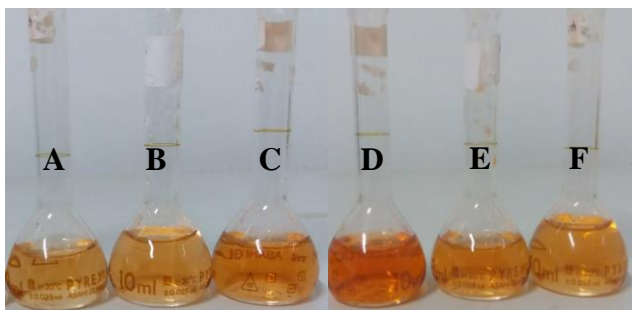
Selanjutnya data-data yang diperoleh digunakan untuk menghitung *Relative Standards Deviation* (RSD) dan *Coefficient of Variation* (CV) untuk mengetahui tingkat presisi dari metode penelitian ini. Pendiaman larutan untuk mereduksi  $\text{Fe}^{3+}$  dan  $\text{Fe}^{2+}$  yang kemudian dikomplekskan dengan 1,10-Fenantrolin untuk pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  dan  $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$  yang stabil pada 15 menit serta untuk pereduksi  $\text{Na}_2\text{SO}_3$  yang stabil pada 30 menit mempunyai nilai RSD dan CV yang baik karena mempunyai nilai  $\text{RSD} < 20$  ppt dan  $\text{CV} < 2\%$ . Nilai RSD dan CV untuk pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  secara berturut-turut yaitu 0 ppt dan 0 %. Untuk pereduksi  $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$  secara berturut-turut yaitu 0,884 ppt dan 0,0884 %. Sehingga waktu pendiaman 15 menit untuk pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  dan  $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$  merupakan kondisi optimum dan dapat digunakan untuk pengukuran selanjutnya. Begitupun untuk  $\text{Na}_2\text{SO}_3$  dengan waktu pendiaman 30 menit baik untuk digunakan pengukuran selanjutnya karena nilai RSD dan CV berturut-turut yaitu 0 ppt dan 0 %.

#### 4.4 Penentuan Konsentrasi Optimum

Tujuan dari penentuan konsentrasi optimum pereduksi adalah untuk mengetahui seberapa besar pereduksi yang dibutuhkan dalam mereduksi ion  $\text{Fe}^{3+}$  menjadi  $\text{Fe}^{2+}$ . Konsentrasi optimum pereduksi merupakan konsentrasi pereduksi dengan kemampuan terbaik dalam mereduksi  $\text{Fe}^{3+}$ .  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ;  $\text{Na}_2\text{SO}_3$ ; dan  $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$  berfungsi untuk mereduksi  $\text{Fe}^{3+}$  menjadi  $\text{Fe}^{2+}$  yang akan membentuk kompleks dengan 1,10-Fenantrolin.

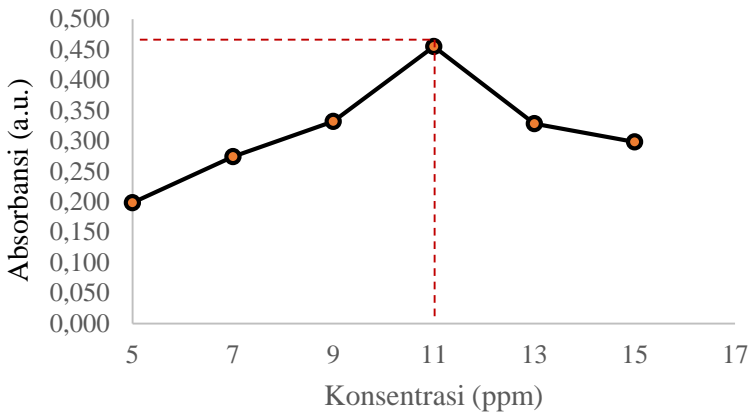
Pada penelitian ini digunakan pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  dengan variasi konsentrasi 5, 7, 9, 11, 13, dan 15 ppm. Larutan  $\text{Fe}^{3+}$  ditambahkan pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  pada kondisi pH optimum yaitu

pH 4,5 selama waktu optimum yaitu 15 menit. Untuk pereduksi  $\text{Na}_2\text{SO}_3$  divariasi konsentrasai 40, 50, 60, 70, dan 80 ppm. Larutan  $\text{Fe}^{3+}$  ditambahkan pereduksi  $\text{Na}_2\text{SO}_3$  pada kondisi pH optimum yaitu pH 4 selama waktu optimum yaitu 30 menit. Untuk pereduksi  $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$  divariasi konsentrasi 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11, dan 12 ppm. Larutan  $\text{Fe}^{3+}$  ditambahkan pereduksi pada kondisi pH optimum yaitu pH 4,5 selama waktu optimum yaitu 15 menit. Gambar 4.16 merupakan pengamatan warna kompleks  $\text{Fe(II)}$ -Fenantrolin dengan pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ .



Gambar 4. 16 Warna Larutan Kompleks  $\text{Fe(II)}$ -Fenantrolin dengan Pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  dari kiri berturut-turut pada Konsentrasi A) 5 ; B) 7 ; C) 9 ; D) 11 ; E) 13 ; F) 15 ppm

Pengamatan warna kompleks merupakan penentuan konsentrasi optimum secara kualitatif. Pada Gambar 4.16 menunjukkan 11 ppm  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  merupakan konsentrasi optimum dari kompleks  $\text{Fe(II)}$ -Fenantrolin karena memiliki warna kompleks yang paling pekat. Secara kuantitatif, konsentrasi optimum dapat dilihat dari nilai absorbansi tertinggi. Gambar 4.17 menunjukkan plot grafik antara absorbansi dan variasi konsentrasi pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ .



Gambar 4. 17 Kurva Konsentrasi Optimum Pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

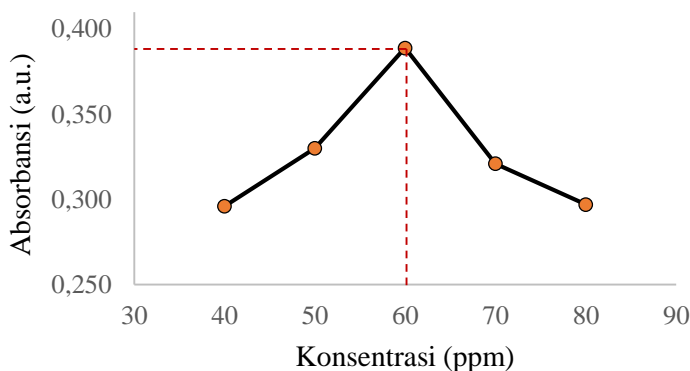
Pada Gambar 4.17 menunjukkan bahwa konsentrasi optimum pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  yaitu pada 11 ppm dengan absorbansi 0,455 dan SD = 0. Selanjutnya, pengamatan warna kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi  $\text{Na}_2\text{SO}_3$  dapat dilihat pada gambar 4.18



Gambar 4. 18 Warna Larutan Kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi  $\text{Na}_2\text{SO}_3$  dari kiri berturut-turut pada Konsentrasi A) 40 ; B) 50 ; C) 60 ; D) 70 ; E) 80 ppm

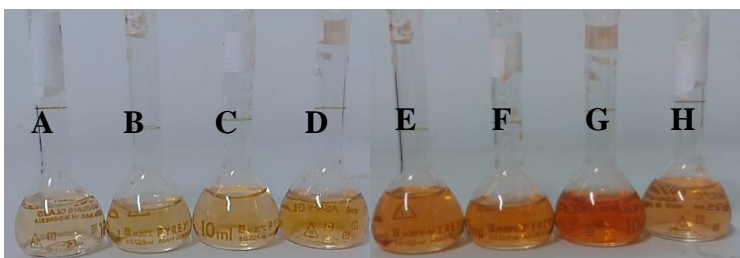
Pada Gambar 4.18 menunjukkan bahwa konsentrasi 60 ppm memiliki warna kompleks Fe(II)-Fenantrolin yang paling

pekat. Hal tersebut menunjukkan waktu pendiaman 30 menit merupakan waktu optimum dari kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi  $\text{Na}_2\text{SO}_3$ . Pengamatan warna kompleks merupakan penentuan waktu optimum secara kualitatif dan secara kuantitatif, waktu optimum dapat dilihat dari nilai absorbansi tertinggi. Gambar 4.19 menunjukkan plot grafik antara absorbansi dan konsentrasi pereduksi  $\text{Na}_2\text{SO}_3$



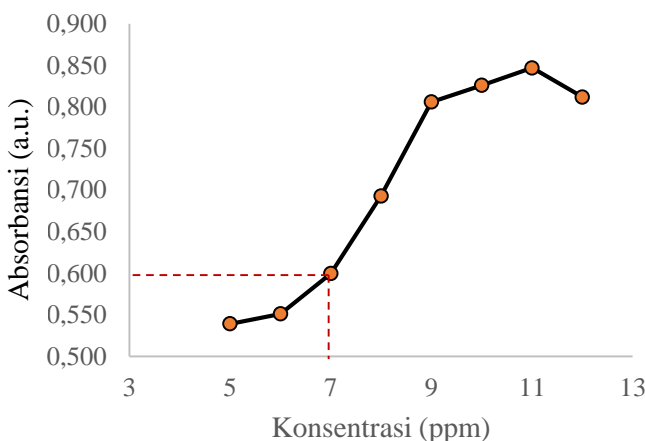
Gambar 4. 19 Kurva Konsentrasi Optimum Pereduksi  $\text{Na}_2\text{SO}_3$

Berdasarkan gambar 4.19 bahwa konsentrasi optimum pereduksi  $\text{Na}_2\text{SO}_3$  yaitu pada 60 ppm dengan absorbansi 0,389 dan  $\text{SD} = 0$ . Selanjutnya, pengamatan warna kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi  $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$  dapat dilihat pada gambar 4.20



Gambar 4. 20 Warna Larutan Kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi  $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$  dari kiri berturut-turut pada Konsentrasi A) 5; B) 6; C) 7; D) 8; E) 9; F) 10; G) 11; H) 12 ppm

Berdasarkan gambar 4.20 ditunjukkan puncak dari kurva optimum pereduksi  $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$  adalah 11 ppm karena mempunyai warna jingga yang paling pekat. Pengamatan warna merupakan metode kualitatif tetapi secara kuantitatif puncak tersebut mempunyai absorbansi yang tidak memenuhi hukum Lambert-Beer yaitu antara 0,2-0,8 yaitu sebesar 0,847. Sedangkan pada 8 ppm mempunyai absorbansi yang memenuhi hukum lambert-beer, namun mempunyai persen *recovery* yang melebihi dari range 80%-120% sehingga konsentrasi optimum dari pereduksi  $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$  dianggap 7 ppm. Pada Gambar 4.21 akan ditunjukkan plot grafik antara absorbansi dan variasi konsentrasi  $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ .



Gambar 4. 21 Kurva Konsentrasi Optimum Pereduksi  $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$

Gambar 4.21 menunjukkan konsentrasi optimum dari pereduksi  $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$  yaitu pada konsentrasi 7 ppm dengan absorbansi 0,600 dan  $\text{SD} = 7,07 \times 10^{-4}$ . Di bawah konsentrasi 11 ppm untuk  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ; 60 ppm  $\text{Na}_2\text{SO}_3$  dan 7 ppm  $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ , absorbansi kurang optimum karena kurangnya konsentrasi pereduksi yang digunakan untuk mereduksi  $\text{Fe}^{3+}$  menjadi  $\text{Fe}^{2+}$  sehingga  $\text{Fe}^{3+}$  belum tereduksi secara sempurna yang berakibat senyawa kompleks  $\text{Fe(II)-Fenantrolin}$  yang terbentuk hanya



sedikit. Sedangkan untuk konsentrasi yang melebihi optimum karena jumlah konsentrasi yang berlebih mengakibatkan kompetisi antara pereduksi dengan ligan 1,10-fenantrolin yang dapat mempengaruhi pembentukan senyawa kompleks Fe(II)-Fenantrolin.

Untuk mengetahui nilai presisi suatu metode dapat diketahui dengan menghitung *Relative Standard Deviation* (RSD) dan *Coefficient of Variation* (CV). RSD dan CV secara berturut-turut untuk pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  adalah 0 ppt dan 0 %. Sedangkan untuk pereduksi  $\text{Na}_2\text{SO}_3$  nilai RSD dan CV secara berturut-turut sebesar 0 ppt dan 0 %. Dan untuk pereduksi  $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$  secara berturut-turut yaitu 0 ppt dan 0 %. Dari hasil RSD dan CV pada penelitian ini dapat dinyatakan data ini baik dan dapat digunakan untuk pengukuran selanjutnya dikarenakan memenuhi syarat batas nilai yang dapat diterima yaitu untuk  $\text{RSD} < 20$  ppt dan untuk  $\text{CV} < 2$  %.

Tingkat akurasi suatu metode dapat dilihat dari *%Recovery*. Akurasi merupakan ukuran yang menunjukkan derajat kedekatan hasil analisis dengan kadar analit yang sebenarnya. Nilai *recovery* hasil pengukuran analit pada level ppm dengan tingkat kepercayaan sebesar 95% dianggap baik jika berada pada rentang 80-120% (AOAC,2002). Pada penelitian ini didapatkan nilai *%Recovery* dari  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ;  $\text{Na}_2\text{SO}_3$ ; dan  $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$  secara berturut-turut yaitu 102,81%; 84,08% dan 116,71% pada kondisi pH optimum, waktu pembentukan kompleks optimum, dan konsentrasi pereduksi optimum. Dari hasil *%Recovery* pada penelitian ini dapat dinyatakan data ini baik dan dapat digunakan untuk pengukuran selanjutnya dikarenakan masuk pada rentang 80%-120% dengan tingkat kepercayaan 95%.

#### 4.5 Penentuan Kurva Kalibrasi

Kurva Kalibrasi adalah suatu garis yang didapatkan dari gabungan titik-titik yang menyatakan hubungan antara konsentrasi dan absorbansi yang diserap oleh senyawa kompleks setelah di analisis regresi linier. Penentuan konsentrasi besi secara spektrofotometer UV-VIS ditentukan berdasarkan kurva kalibrasi yang di buat dengan mengukur absorbansi larutan standar besi.

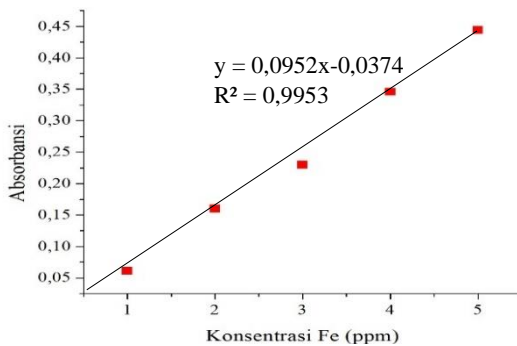
Larutan standar besi  $\text{Fe}^{2+}$  adalah  $\text{Fe}^{3+}$  yang direduksi menjadi  $\text{Fe}^{2+}$  dan dikomplekskan.

Plot dari kurva kalibrasi dapat diekivalenkan dengan persamaan Lambert-Beer, dimana nilai Y ekuivalen dengan nilai absorbansi dan nilai X ekuivalen dengan konsentrasi senyawa yang akan di analisis. Kurva kalibrasi di buat dengan mengukur absorbansi larutan standar besi dengan variasi 1 ppm hingga 5 ppm pada panjang gelombang maksimum pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ;  $\text{Na}_2\text{SO}_3$ ; dan  $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ . Data adsorbansi dengan pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  dapat dilihat pada Tabel 4.1

Tabel 4. 1 Data Absorbansi Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

Konsentrasi (ppm)	A1	A2	A rata-rata
1	0,061	0,061	0,061
2	0,160	0,160	0,160
3	0,230	0,230	0,230
4	0,346	0,346	0,346
5	0,444	0,444	0,444

Dari data absorbansi pada masing-masing konsentrasi yang telah di dapat, maka dibuat grafik kurva standar dengan sumbu x adalah konsentrasi dan sumbu y adalah absorbansi rata-rata. Grafik kurva standar dapat di lihat pada Gambar 4.22



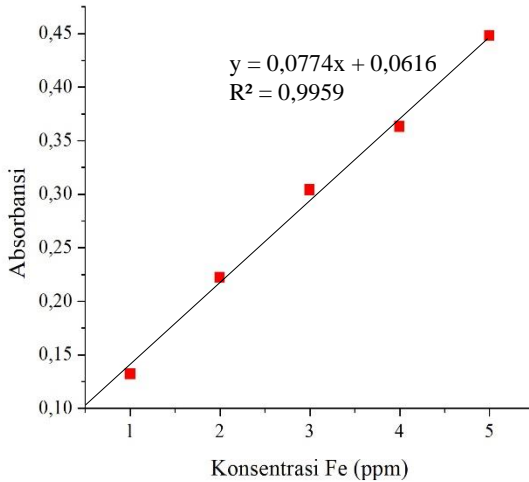
Gambar 4. 22 Kurva Kalibrasi Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

Berdasarkan Gambar 4.22 dapat diketahui bahwa dari kurva kalibrasi yang terbentuk mempunyai persamaan  $y = 0,0952x - 0,0374$  dengan nilai  $r = 0,9977$  dan  $R^2 = 0,9953$ . Koefisien terletak pada garis lurus yang lerengnya positif  $r$  berada pada  $-1 \leq r \leq 1$  dan kisaran nilai  $R^2$  sebesar  $0,9 \leq R^2 \leq 1$  (Butler, 2005). Selain itu, uji  $t$  perlu dilakukan untuk mengetahui  $H_0$  dan  $H_i$ .  $H_0$  tidak ada korelasi antara absorbansi dan konsentrasi sedangkan  $H_i$  ada korelasi antara absorbansi dan konsentrasi. Jika  $t_{hitung} > t_{tabel}$ , maka data yang diperoleh menolak  $H_0$  dan menerima  $H_i$  sehingga terdapat korelasi antara absorbansi dan konsentrasi. Untuk pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  didapatkan  $t_{hitung}$  sebesar 25,2516. Untuk selang kepercayaan 95% dengan kebebasan 3 maka  $t_{tabel} = 3,18$  sehingga  $t_{hitung} > t_{tabel}$  jadi  $H_0$  di tolak dan  $H_i$  di terima dan dapat disimpulkan bahwa ada korelasi antara absorbansi dengan konsentrasi. Tabel 4.2 adalah data adsorbansi dengan pereduksi  $\text{Na}_2\text{SO}_3$ .

Tabel 4. 2 Data Absorbansi Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi  $\text{Na}_2\text{SO}_3$

Konsentrasi (ppm)	A1	A2	A rata-rata
1	0,132	0,132	0,132
2	0,221	0,222	0,222
3	0,304	0,304	0,304
4	0,363	0,363	0,363
5	0,448	0,448	0,448

Berdasarkan data pada Tabel 4.2 maka dapat di buat grafik kurva standar dimana sumbu  $x$  adalah konsentrasi dan sumbu  $y$  adalah absorbansi rata-rata. Grafik kurva standar dapat di lihat pada Gambar 4.23



Gambar 4. 23 Kurva Kalibrasi Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi  $\text{Na}_2\text{SO}_3$

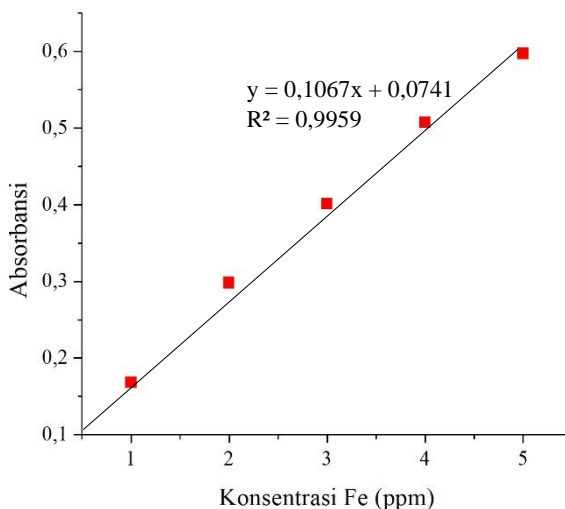
Kurva kalibrasi yang terbentuk memiliki persamaan regresi  $y = 0,1067x + 0,0741$  dengan nilai  $r = 0,9979$  dan  $R^2 = 0,9959$ . Koefisien korelasi ( $R^2$ ) sebesar 0,9959 menyatakan bahwa adanya korelasi yang erat antara konsentrasi dan absorbansi. Korelasi dinyatakan sempurna jika  $0,9 < r^2 < 1$ . Nilai  $r = 0,9979$  menyatakan semua titik terletak pada garis lurus yang lerengnya positif karena nilai berada pada  $-1 \leq r \leq 1$ .

Pada uji t didapatkan  $t_{\text{hitung}}$  untuk pereduksi  $\text{Na}_2\text{SO}_3$  sebesar 26,9802. Sedangkan untuk  $t_{\text{tabel}}$  dengan selang kepercayaan 95 % dan kebebasan 3 yaitu 3,18 sehingga  $t_{\text{hitung}} > t_{\text{tabel}}$  maka  $H_0$  di tolak dan  $H_1$  diterima, maka dapat disimpulkan ada korelasi antara absorbansi dengan konsentrasi. Tabel 4.3 adalah data adsorbansi dengan pereduksi  $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ .

Tabel 4. 3 Data Absorbansi Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi  $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$

Konsentrasi (ppm)	A1	A2	A rata -rata
1	0,168	0,168	0,168
2	0,298	0,298	0,298
3	0,401	0,401	0,401
4	0,507	0,507	0,507
5	0,597	0,597	0,597

Dari data Tabel 4.3 dapat di plot menjadi grafik kurva standar dimana sumbu x adalah konsentrasi dan sumbu y adalah absorbansi rata-rata. Grafik kurva standar dapat di lihat pada gambar 4.24



Gambar 4. 24 Kurva Kalibrasi Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi  $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$

Pada Gambar 4.24 kurva kalibrasi yang terbentuk memiliki persamaan  $y = 0,0774x + 0,0616$  dengan nilai  $r = 0,9979$  yang

menunjukkan hubungan dua variable yang searah dengan kemiringan positif dan nilai  $R^2 = 0,9959$  menunjukkan bahwa terdapat korelasi yang linier antara absorbansi dan konsentrasi. Suatu kurva dinyatakan mempunyai kelinieran yang baik apabila  $-1 \leq r \leq 1$  dan  $0,9 < r^2 < 1$ .

Selain itu dilakukan uji t untuk mengetahui korelasi anantara absorbansi dan korelasi. Pada pereduksi  $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$  didapatkan nilai  $t_{\text{hitung}} = 26,9601$ . Sedangkan untuk nilai  $t_{\text{tabel}} = 3,18$  dengan selang kepercayaan 95% dan kebebasan 3, sehingga  $t_{\text{hitung}} > t_{\text{tabel}}$  maka dapat disimpulkan bahwa  $H_o$  di tolak dan  $H_i$  di terima sehingga ada korelasi antara absorbansi dan konsentrasi.

## **BAB V**

### **KESIMPULAN DAN SARAN**

#### **5.1 Kesimpulan**

Kesimpulan dari penelitian yang telah dilakukan bahwa pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  paling optimum diantara  $\text{Na}_2\text{SO}_3$  dan  $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$  untuk mereduksi  $\text{Fe}^{3+}$  menjadi  $\text{Fe}^{2+}$  dalam analisis kadar besi dengan metode spektrofotometer UV-VIS. Keadaan optimum  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  yaitu pH 4,5 dengan waktu pendiaman 15 menit dan konsentrasi optimum pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  11 ppm untuk mereduksi 5 ppm  $\text{Fe}^{3+}$ . Sedangkan keadaan optimum  $\text{Na}_2\text{SO}_3$  yaitu pH 4 dengan waktu pendiaman 30 menit dan konsentrasi optimum pereduksi  $\text{Na}_2\text{SO}_3$  60 ppm untuk mereduksi 5 ppm  $\text{Fe}^{3+}$ .  $\text{Na}_2\text{SO}_3$  kurang efektif menjadi pereduksi karena konsentrasi yang dibutuhkan cukup besar yakni 60 ppm dan waktu pendiaman untuk pembentukan kompleks juga lebih lama yaitu 30 menit.  $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$  memiliki pereduksi kemampuan pereduksi yang sama baiknya dengan  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ . Keadaan optimum  $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$  yaitu pH 4,5 dengan waktu pendiaman 15 menit dan konsentrasi pereduksi  $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$  7 ppm untuk mereduksi 5 ppm  $\text{Fe}^{3+}$ . Namun puncak absorbansi tertinggi untuk konsentrasi pereduksi  $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$  sebenarnya adalah 11 ppm. Tetapi absorbansi pada 11 ppm  $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$  keluar dari range absorbansi yang baik yakni 0,2-0,8. Pada percobaan didapatkan %*Recovery* yaitu 102,81% untuk pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ; 84,08% untuk pereduksi  $\text{Na}_2\text{SO}_3$ ; dan 116,71 % untuk pereduksi  $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ .

#### **5.2 Saran**

Penelitian ini dapat dikembangkan dengan menggunakan pereduksi lain pada analisis kadar besi (Fe).

***“Halaman ini sengaja dikosongkan”***



## DAFTAR PUSTAKA

- Ageett, P.J., Agostini, C., Axelsson, I., Bresson J.L., Gaulot O., Hernell O., dkk. (2002). *Iron Etabolism and Requipments in Early Childhood. Do We Know Enough?. Accomentary By The EPGAN Committee on Nutrion.Journal Of Pediatric Astroenterology and Nutrion.* 34, 337-345
- Alaerts, G dan Santika, S.S. (1987). *Metode Penelitian Air.* Surabaya : Usaha Nasional
- Amelia (2003). *Optimasi pH buffer Asetat dan Konsentrasi Larutan Pereduksi Natrium Tiosulfat dalam Penentuan Kadar Besi secara Spektrofotometer UV-VIS.* Surabaya : Jurusan Kimia ITS
- Arsyad, S. (2000). *Konservasi Tanah dan Air.* Bogor : IPB Press
- ASTM. (2000). *Standard Test Method for Iron in Trace Quantities Using The 1,10 Phenontraline Method.* United States : ASTM Commite E15
- Beard, J. L. (2001). *Iron in Biology in Immune Function, Muscle Metabolism and Neurol Fuctloning.* J. Nutr. 131, 568S-579S (Discussion 580S).
- Chang, Raymond. (2005). *Chemistry Ninth Edition.* New York : MC Graw Hill
- Canham, G. R dan Overtone, T. (2003). *Descriptive Inorganic Chmistr 3<sup>rd</sup> Ed.* New York : W.H Freeman and Company.
- Clough, S.R. (2014). *Sodium Sulfie in Encyclopedia of Toxicology in P. Wexler (Ed.).* Oxford : Academic Press.
- Cotton, F.A dan Wilkinson G. (1989). *Kimia Anorganik Dasar.* Jakarta : UI Press
- Day, F. A., Underwood A.L (1993). *Analisis Kimia Kuantitatif (Terjemahan oleh Padjatmaka, A.H) Edisi Keempat.* Jakarta : Erlangga
- Fisiana, A. (2012). *Perbandingan Kemampuan Pereduksi Natrium Tiosulfat ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ) dengan timah (II) klorida ( $\text{SnCl}_2$ ) pada Analisis Kadar Total Besi Secara Spektrofotometer UV-VIS.* Surabaya : Skripsi. Jurusan Kimia ITS

- Garrow, J.S dan James W. P. T (1993). *Human Nutrition and Dietbetics Ninth Edition*. Edinburgh : Churcill Livingstone. Page 174-180
- Harmita. (2004). *Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Perhitungannya*. Majalah Ilmu Kefarmasian.
- Huheey, James E. (1993). *Inorganic Chemistry : Principle Of Structure and Recativity 4<sup>th</sup>* . Harber Collins College Publisher.
- Khopkar, S.M. (1990). *Konsep Kimia Analitik*. Jakarta : UI Press
- Malik, A.K. (2000). *Direct Spectrophotometer Determination of Ferbam (Iron(III)Dymethylcarbonat) in Commercial Sampel and What Gains After Extraction of its Bethanantrolin Tetrapihenilborate Complex Into Molten Naphthalen*. Journal of Agricultural And Food Chemistry.48, 4044-4047
- Miller J. C dan Miller J.N .(1991). *Statistik untuk Kimia Analitik Edisi Kedua*. Bandung : ITB
- Mulya, M. (1998). *Validasi Metode Analisis Instrumentasi Lab. Farmasi*. Surabaya : Fakultas Farmasi UNAIR
- Muzdalifah. (2017). *Perbandingan Kemampuan Pereduksi Natrium Tiosulfat ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ) dan Kalium Heksasianoferat (II) ( $\text{K}_4(\text{Fe}(\text{CN})_6$ )) Pada Analisis Kadar Total Besi Secara Spektrofotometer UV-VIS*. Surabaya : Skripsi Kimia ITS
- MSDS. (2013). [www.science-lab.com](http://www.science-lab.com). Diakses pada tanggal 18 Juli pukul 22.00
- Palar, H. (1994). *Pencemaran dan Toksikologi Logam Berat*. Jakarta: Rineka Cipta
- Pauling, L. (1988) *General Chemistry*. San Fransisco: W.H Freeman
- Pangastuti, D. (2017). *Perbandingan Kondisi Optimum Pereduksi Natrium Tiosulfat ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ) dan Hidroksilamin Hidroklorida ( $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ ) Pada Analisis Kadar Total Besi Secara Spektrofotometer UV-VIS*. Surabaya: Skripsi Kimia ITS.
- Puspaningtyas. (2004). *Optimasi pH Buffer Asetat dan Kosentrasi Larutan Pereduksi Natrium Tiosulfat dalam Penentuan*

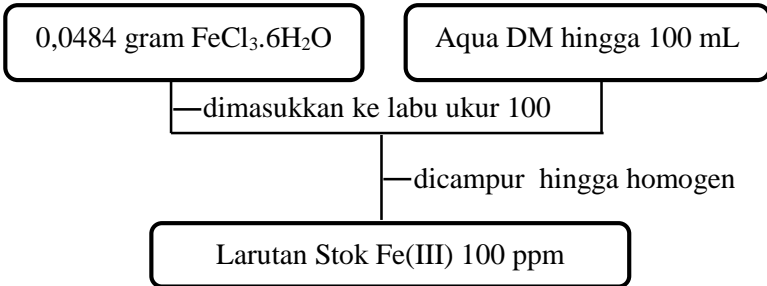
- Kadar Besi Secara Spektrometri UV-VIS*. Surabaya: Tugas Akhir kimia ITS.
- Rahayu, W.S., Asmiyenti D. D, Fauziah (2007). *Validasi Penetapan Kadar Besi dalam Sediaan Tablet Multivitamin dengan Metode Spektrofotometri UV-VIS Pharmacy, Vol.05 No.01*
- Riyanto .(2014). *Validasi dan Verifikasi Metode Uji Sesuai dengan ISO/IEC 17025 Laboratorium Penguji dan Kalibrasi Edisi 1*. Yogyakarta : Depulish
- Rohman, A.(2007). *Kimia Farmasi Analisis*. Yogyakarta : Pustaka Belajar
- Rohman, A. (2009). *Kromatografi untuk Analisis Obat*.Yogyakarta :Graha Ilmu
- Rouault, T.A and Tong, W.H. (2008). *Iron-Sulfur Cluster Biogenesis and Human Disease .Trends Genet.* 24, 398-407
- Rivai, Harrizul. (1995). *Asas Pemeriksaan Kimia*. Jakarta : UI-Press
- Skoog, D., West, D., dan Haller J. (1996). *Fundamental of Analytical Chemistry Edisi Ketujuh*. New York : Saunders College Publishing
- Subiyakto, Markus G. (2001). *Kimia dan Fotografi Hitam Putih*. Jakarta : Harian Kompas
- Sugiarso, D., M. Najib, Fredy K, Suprpto, Kun S.B (1999). *Kimia Analitik*. Surabaya : ITS Press
- Synder, L.R, JK. Joseph dan L.G. Joseph. (1997). *Practical HPLC Method Development*. New York : John Willey & Sons Inc.
- Tabrizi, A. B .(2010). *Development of a Dispersive Liquid-Liquid Microxtaction Method for Iron Speciation and Determination in Different Water Sample*. Joural Of hazardous Materials 183(2010)688-693
- Vogel. (1985). *Buku Teks Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semimikro (Terjemahan oleh Setiono I., Paudjatmakan A.H) Edisi Kelima*. Jakarta : PT. Kalman Media Pustaka
- Vogel. (1990). *Analisis Kuantitatif Makro dan Semimikro Jilid 1*. Jakarta : PT. Kalman Media Pustaka
- Wang. (2015). *Studi Gangguan  $\text{Cu}^{2+}$  pada Analisis Besi (III) dengan Pengompleks 1,10-Fenantrolin Pada pH 3,5 Secara*

*Spektrofotometri UV-VIS*. Surabaya : Skripsi. Jurusan kimia FMIPA ITS

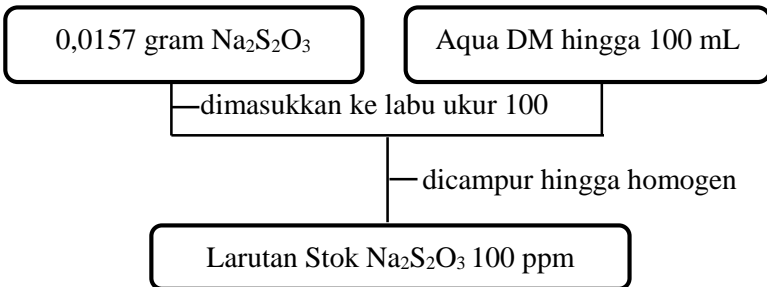
Zapata, D. Martinez., Acevedo, Rosas., Santamaria. (2017). *The Interaction Of Sodium Sulfitewi DNA Nucleic Acid Bases : A First-Principles Molecular Dynamics Study*. Computational and Theoretical Chemistry 1099 116-122.

## LAMPIRAN A SKEMA KERJA

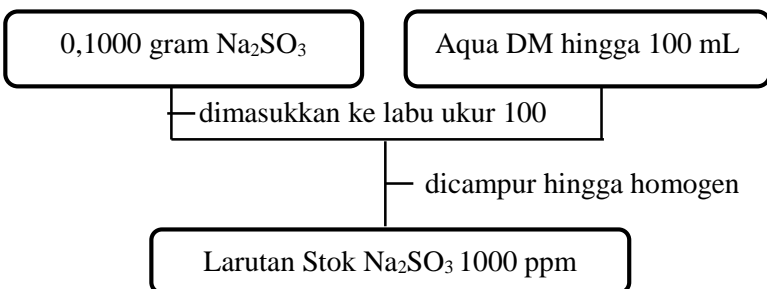
### A.1 Pembuatan Larutan Stok Fe (II) 100 ppm



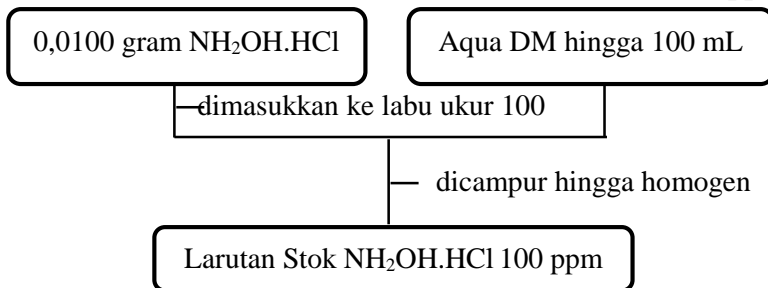
### A.2 Pembuatan Larutan Stok Pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 100 ppm



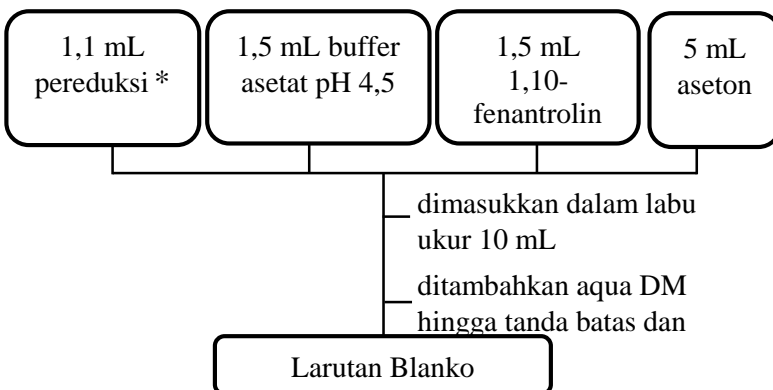
### A.3 Pembuatan Larutan Stok Pereduksi $\text{Na}_2\text{SO}_3$ 1000 ppm



#### A.4 Pembuatan Larutan Stok Pereduksi $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$ 100 ppm



#### A.5 Pembuatan Larutan Blanko



\* Pereduksi yang digunakan adalah  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3(\text{aq})$  100 ppm;  $\text{Na}_2\text{SO}_3(\text{aq})$  1000ppm dan  $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}(\text{aq})$  100 ppm

### **A.6 Pembuatan Larutan Stok 1,10-Fenantrolin 1000 ppm**

1,10-Fenantrolin

- ditimbang sebanyak 0,1000 gram
- dilarutkan dengan 50 mL aqua DM di dalam gelas beaker 100 mL
- dipanaskan dengan suhu 60°C dan diaduk hingga larut
- didinginkan hingga suhu ruang
- dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL
- diencerkan dengan aqua DM hingga tanda batas

Larutan 1,10-Fenantrolin 1000 ppm

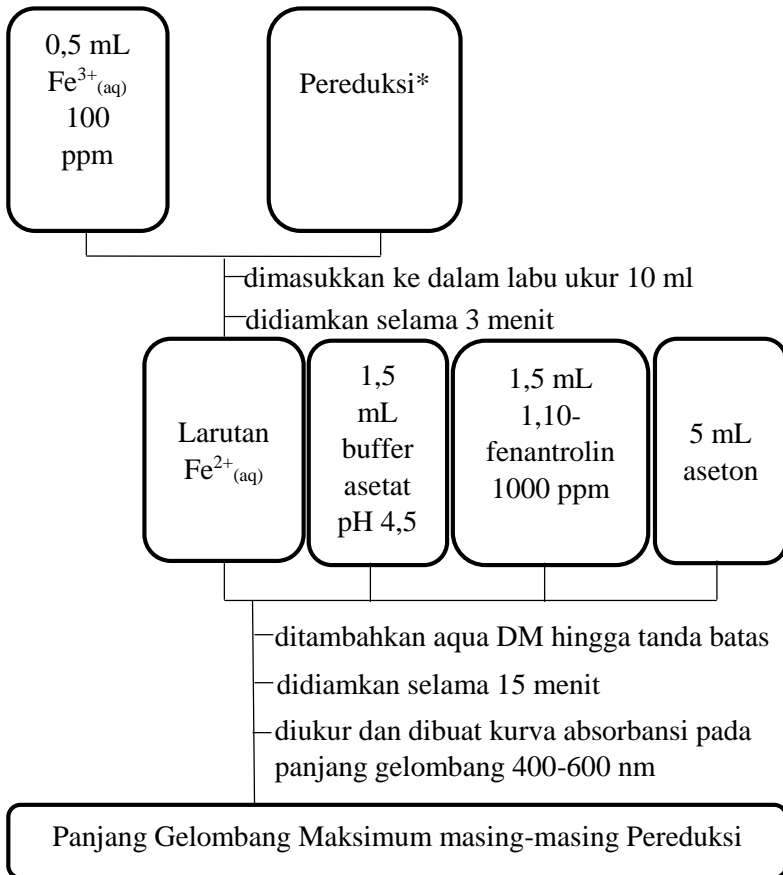
### **A.7 Pembuatan Larutan Stok Buffer Asetat pH=4,5**

$\text{CH}_3\text{COONa}$

- ditimbang sebanyak 0,7853 gram
- dilarutkan dengan sedikit aqua DM di dalam gelas beaker
- dimasukkan ke dalam labu ukur 25 mL
- ditambahkan 1 mL  $\text{CH}_3\text{COOH}$
- diencerkan dengan aqua DM hingga tanda batas
- diukur pH menggunakan pH meter digital

Larutan buffer pH 4,5

## A.8 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum dan Absorbansi



\* Pereduksi yang digunakan yaitu:

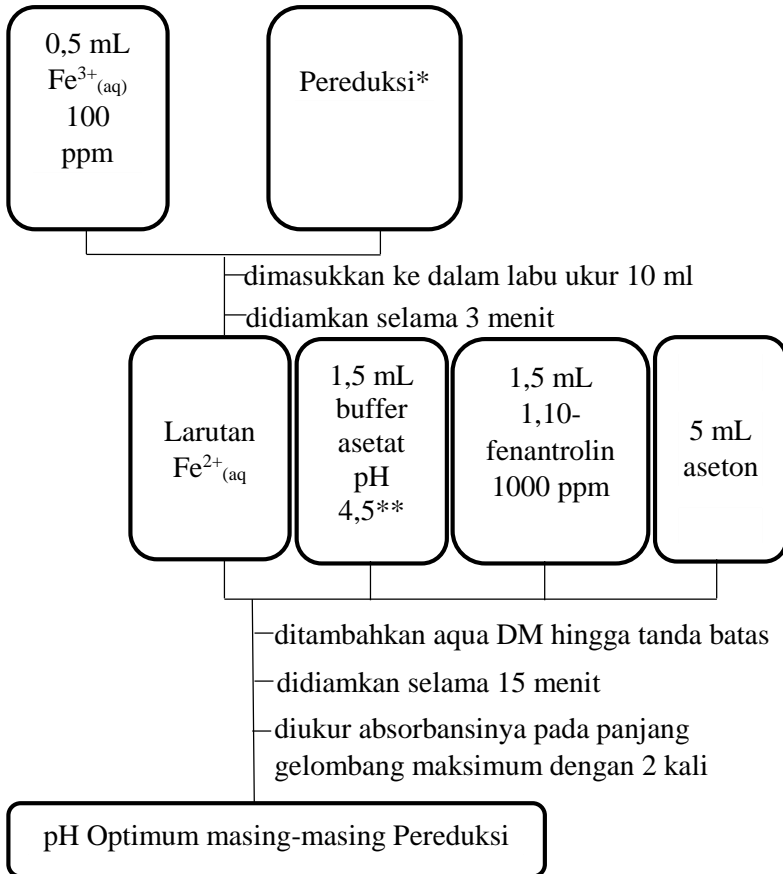
- $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3_{(\text{aq})}$  100 ppm dengan volume 1,1 mL

- $\text{Na}_2\text{SO}_3_{(\text{aq})}$  1000 ppm dengan volume 0,8 mL

- $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}_{(\text{aq})}$  100 ppm dengan volume 0,8 mL



## A.9 Penentuan pH Optimum



\* Pereduksi yang digunakan yaitu:

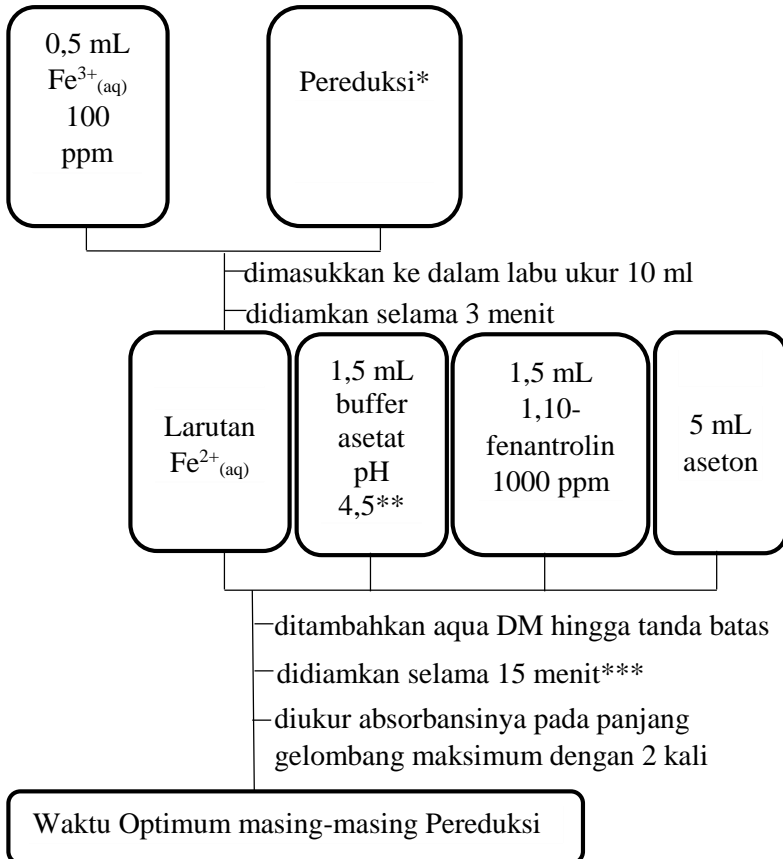
- $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3_{(\text{aq})}$  100 ppm dengan volume 1,1 mL

- $\text{Na}_2\text{SO}_3_{(\text{aq})}$  1000 ppm dengan volume 0,8 mL

- $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}_{(\text{aq})}$  100 ppm dengan volume 0,8 mL

\*\*Dilakukan variasi pH buffer asetat yaitu 3; 3,5; 4; 4,5; dan 5

### A.10 Penentuan Waktu Optimum



\* Pereduksi yang digunakan yaitu:

- $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3_{(\text{aq})}$  100 ppm dengan volume 1,1 mL

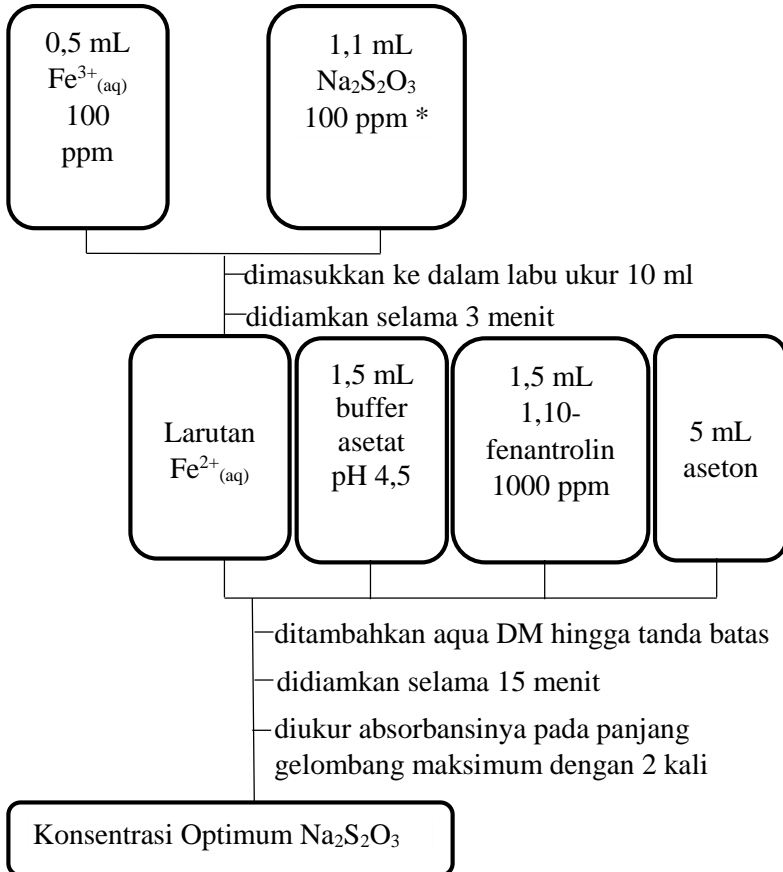
- $\text{Na}_2\text{SO}_3_{(\text{aq})}$  1000 ppm dengan volume 0,8 mL

- $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}_{(\text{aq})}$  100 ppm dengan volume 0,8 mL

\*\* Untuk  $\text{Na}_2\text{SO}_3_{(\text{aq})}$  digunakan buffer asetat pH 4

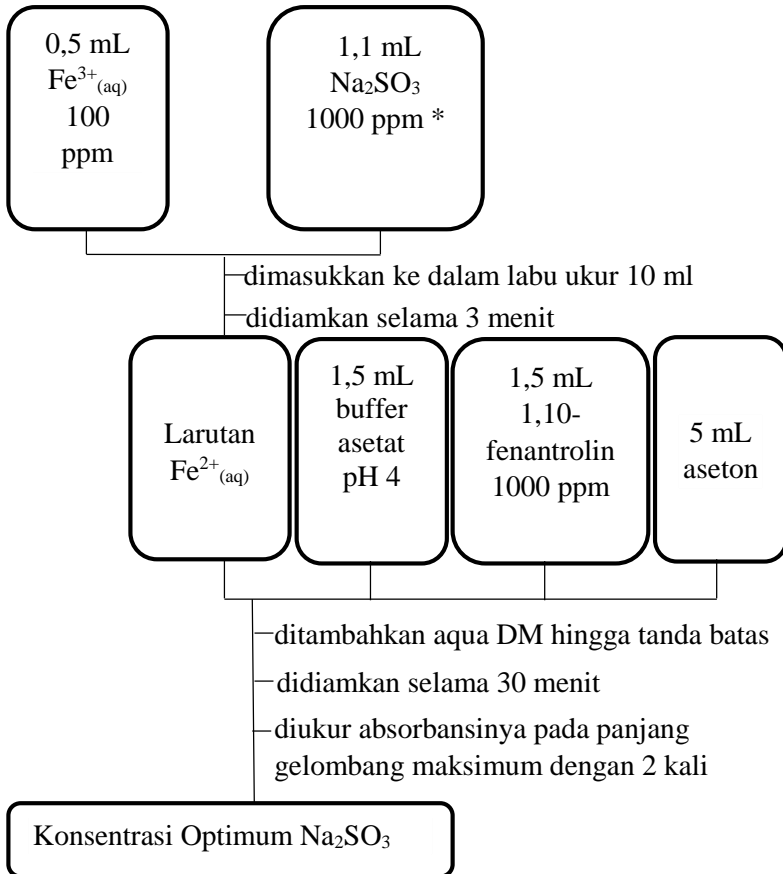
\*\*\* Dilakukan variasi waktu pendiaman yaitu 0; 15; 30; 45; dan 60 menit

### A.11 Penentuan Konsentrasi Optimum $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$



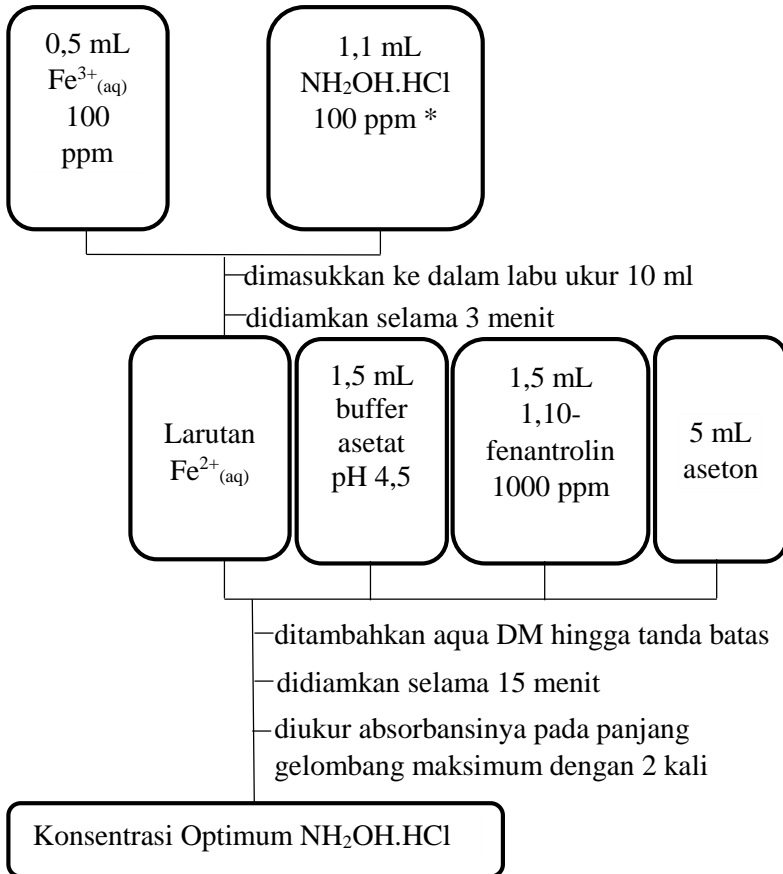
\*Dilakukan variasi konsentrasi optimum  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  yaitu 5; 7; 9; 11; 13; dan 15 ppm

### A.12 Penentuan Konsentrasi Optimum $\text{Na}_2\text{SO}_3$



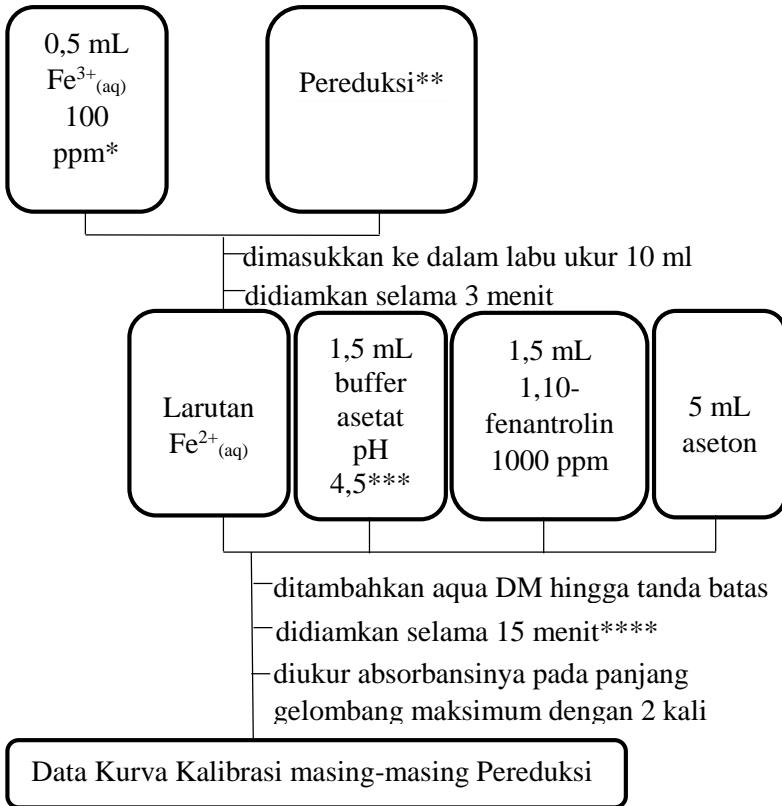
\*Dilakukan variasi konsentrasi  $\text{Na}_2\text{SO}_3$  yaitu 40; 50; 60; 70; dan 80 ppm

### A.13 Penentuan Konsentrasi Optimum $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$



\*Dilakukan variasi konsentrasi  $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$  yaitu 5; 6; 7; 8; 9; 10; 11; dan 12 ppm

#### A.14 Penentuan Kurva Kalibrasi



\* Divariasi konsentrasi  $\text{Fe}^{3+}_{(\text{aq})}$  yaitu 1; 2; 3; 4; dan 5 ppm

\*\* Pereduksi yang digunakan yaitu:

- $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3_{(\text{aq})}$  100 ppm dengan volume 1,1 mL

- $\text{Na}_2\text{SO}_3_{(\text{aq})}$  1000 ppm dengan volume 0,6 mL

- $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}_{(\text{aq})}$  100 ppm dengan volume 0,8 mL

\*\*\* Untuk  $\text{Na}_2\text{SO}_3_{(\text{aq})}$  digunakan buffer asetat pH 4

\*\*\*\* Untuk  $\text{Na}_2\text{SO}_3_{(\text{aq})}$  digunakan waktu pendiaman selama 30 menit

## LAMPIRAN B

### PERHITUNGAN PEMBUATAN LARUTAN

#### B.1 Pembuatan Larutan Fe(III) 100 ppm

Larutan standar Fe(III) 100 ppm dibuat dari padatan kristal  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  yang dilarutkan dalam 100 mL aqua DM. Perhitungan berat  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  dapat dilihat sebagai berikut.

$$\begin{aligned} \frac{\text{ppm Fe}}{\text{ppm FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}} &= \frac{\text{Ar Fe}}{\text{Mr FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}} \\ \text{ppm FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} &= \frac{\text{ppm Fe} \times \text{Mr FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}}{\text{Ar Fe}} \\ \text{ppm FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} &= \frac{100 \text{ ppm} \times 270,47 \text{ gr/mol}}{55,85 \text{ g/mol}} \\ \text{ppm FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} &= 484,279 \text{ ppm} = 484,279 \text{ mg/L} \\ \text{ppm FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} &= \frac{\text{massa FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}}{\text{volume aqua DM}} \\ 484,279 \text{ mg/L} &= \frac{\text{massa FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}}{100 \text{ mL}} \\ \text{massa FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} &= 484,279 \text{ mg/L} \times 0,1 \text{ L} \\ \text{massa FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} &= 48,4279 \text{ mg} \\ \text{massa FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} &= 0,0484 \text{ gram} \end{aligned}$$

Jadi, massa  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  yang dibutuhkan adalah sebanyak 0,0484 gram dalam 100 mL larutan untuk mendapatkan konsentrasi Fe(III) 100 ppm.

## B.2 Pembuatan Larutan Stok Pereduksi Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 100 ppm

Larutan Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 100 ppm dibuat dari padatan kristal Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. 5H<sub>2</sub>O yang dilarutkan dalam 100 mL aqua DM. Perhitungan berat Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. 5H<sub>2</sub>O dapat dilihat sebagai berikut.

$$\begin{aligned}\frac{\text{ppm Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}{\text{ppm Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}} &= \frac{\text{Ar Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}{\text{Mr Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}} \\ \text{ppm Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O} &= \frac{\text{ppm Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \times \text{Mr Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}}{\text{Ar Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} \\ \text{ppm Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O} &= \frac{100 \text{ ppm} \times 248,092 \text{ g/mol}}{158,097 \text{ g/mol}} \\ \text{ppm Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O} &= 156,92 \text{ ppm} = 156,92 \text{ mg/L} \\ \text{ppm Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O} &= \frac{\text{massa Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}}{\text{volume aqua DM}} \\ 156,92 \text{ mg/L} &= \frac{\text{massa Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}}{100 \text{ mL}}\end{aligned}$$

$$\text{massa Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O} = 156,92 \text{ mg/L} \times 0,1 \text{ L}$$

$$\text{massa Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O} = 15,692 \text{ mg}$$

$$\text{massa Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O} = 0,0157 \text{ gram}$$

Jadi, massa Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.5H<sub>2</sub>O yang dibutuhkan adalah sebanyak 0,0157 gram dalam 100 mL larutan untuk mendapatkan konsentrasi Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 100 ppm.

Adapun Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> divariasi dengan konsentrasi 5; 7; 9; 11; 13 dan 15 ppm yang dilakukan dengan menggunakan rumus sebagai berikut.

$$M_1 \cdot V_1 = M_2 \cdot V_2$$

$$100 \text{ ppm} \cdot V_1 = 5 \text{ ppm} \cdot 10 \text{ mL}$$

$$V_1 = 0,5 \text{ mL}$$

Dengan cara yang sama dapat diketahui volume ambil larutan standar Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 100 ppm pada tabel berikut.



Tabel B. 1 Volume Ambil Larutan Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

Konsentrasi Larutan Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (ppm)	Volume ambil larutan Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (mL)
5	0,5
7	0,7
9	0,9
11	1,1
13	1,3
15	1,5

### B.3 Pembuatan Larutan Stok Pereduksi Na<sub>2</sub>SO<sub>3</sub> 1000 ppm

Larutan Na<sub>2</sub>SO<sub>3</sub> 1000 ppm dibuat dari padatan kristal Na<sub>2</sub>SO<sub>3</sub> yang dilarutkan dalam 100 mL aqua DM. Perhitungan berat Na<sub>2</sub>SO<sub>3</sub> dapat dilihat sebagai berikut.

$$\text{ppm Na}_2\text{SO}_3 = \frac{\text{massa Na}_2\text{SO}_3}{\text{volume aqua DM}}$$

$$1000 \text{ mg/L} = \frac{\text{massa Na}_2\text{SO}_3}{100 \text{ mL}}$$

$$\text{massa NaSO}_3 = 1000 \text{ mg/L} \times 0,1 \text{ L}$$

$$\text{massa NaSO}_3 = 100 \text{ mg}$$

$$\text{massa NaSO}_3 = 0,1000 \text{ gram}$$

Jadi, massa Na<sub>2</sub>SO<sub>3</sub> yang dibutuhkan adalah sebanyak 0,1 gram dalam 100 mL larutan untuk mendapatkan konsentrasi Na<sub>2</sub>SO<sub>3</sub> 1000 ppm.

Adapun Na<sub>2</sub>SO<sub>3</sub> divariasi dengan konsentrasi 40; 50; 60; 70; dan 80 ppm yang dilakukan dengan menggunakan rumus sebagai berikut.

$$M_1 \cdot V_1 = M_2 \cdot V_2$$

$$1000 \text{ ppm} \cdot V_1 = 40 \text{ ppm} \cdot 10 \text{ mL}$$

$$V_1 = 0,4 \text{ mL}$$

Dengan cara yang sama dapat diketahui volume ambil larutan standar Na<sub>2</sub>SO<sub>3</sub> 1000 ppm pada tabel berikut.

Tabel B. 2 Volume Ambil Larutan  $\text{Na}_2\text{SO}_3$

Konsentrasi Larutan $\text{Na}_2\text{SO}_3$ (ppm)	Volume ambil larutan $\text{Na}_2\text{SO}_3$ (mL)
40	0,4
50	0,5
60	0,6
70	0,7
80	0,8

#### B.4 Pembuatan Larutan Stok Pereduksi $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$ 100 ppm

Larutan  $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$  100 ppm dibuat dari padatan Kristal  $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$  yang dilarutkan dalam 100 mL aqua DM. Perhitungan berat dapat dilihat sebagai berikut.

$$\begin{aligned} \text{ppm } \text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl} &= \frac{\text{massa } \text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}}{\text{volume aqua DM}} \\ 100 \text{ mg/L} &= \frac{\text{massa } \text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}}{100 \text{ mL}} \end{aligned}$$

$$\text{massa } \text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl} = 100 \text{ mg/L} \times 0,1 \text{ L}$$

$$\text{massa } \text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl} = 10 \text{ mg}$$

$$\text{massa } \text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl} = 0,0100 \text{ gram}$$

Jadi, massa  $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$  yang dibutuhkan adalah sebanyak 0,01 gram dalam 100 mL larutan untuk mendapatkan konsentrasi 100 ppm.

Adapun  $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$  divariasi dengan konsentrasi 5; 6; 7; 8; 9; 10; 11 dan 12 ppm yang dilakukan dengan menggunakan rumus sebagai berikut.

$$M_1 \cdot V_1 = M_2 \cdot V_2$$

$$100 \text{ ppm} \cdot V_1 = 5 \text{ ppm} \cdot 10 \text{ mL}$$

$$V_1 = 0,5 \text{ mL}$$

Dengan cara yang sama dapat diketahui volume ambil larutan standar  $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$  1000 ppm pada tabel berikut.

Tabel B. 3 Volume Ambil Larutan  $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$

Konsentrasi Larutan $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$ (ppm)	Volume ambil larutan $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$ (mL)
5	0,5
6	0,6
7	0,7
8	0,8
9	0,9
10	1
11	1,1
12	1,2

### B.5 Pembuatan Larutan Stok 1,10-Fenantrolin 1000 ppm

Larutan 1,10-fenantrolin 1000 ppm dibuat dari padatan 1,10-fenantrolin anhidrat yang dilarutkan dalam 100 mL aqua DM. Perhitungan berat 1,10-fenantrolin dapat dilihat sebagai berikut.

$$\text{ppm 1,10-fenantrolin} = \frac{\text{massa 1,10-fenantrolin}}{\text{volume aqua DM}}$$

$$1000 \text{ mg/L} = \frac{\text{massa 1,10-fenantrolin}}{100 \text{ mL}}$$

$$\text{massa 1,10-fenantrolin} = 1000 \text{ mg/L} \times 0,1 \text{ L}$$

$$\text{massa 1,10-fenantrolin} = 100 \text{ mg}$$

$$\text{massa 1,10-fenantrolin} = 0,1000 \text{ gram}$$

Jadi, massa 1,10-Fenantrolin 1000 ppm yang dibutuhkan adalah sebanyak 0,1 gram dalam 100 mL larutan untuk mendapatkan konsentrasi 1,10-Fenantrolin 1000 ppm.

### B.6 Pembuatan Larutan Stok Buffer Asetat pH=4,5

Larutan buffer asetat pH 4,5 dibuat dari padatan natrium asetat ( $\text{CH}_3\text{COONa}$ ) yang dilarutkan dalam 1 mL asam asetat glasial ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ) dan sejumlah aqua DM. Perhitungannya dapat dilihat berikut ini.

$$\text{CH}_3\text{COOH } 99\% = \frac{99}{100} \times \rho \text{ CH}_3\text{COOH}$$

$$\text{CH}_3\text{COOH } 99\% = 0,99 \times 1,049 \text{ kg/L}$$

$$\text{CH}_3\text{COOH } 99\% = 1,0385 \text{ kg/L}$$

$$\text{CH}_3\text{COOH } 99\% = 1038,5 \text{ gram/L}$$

Konsentrasi tersebut selanjutnya diubah dalam bentuk molaritas (M),

$$\text{M CH}_3\text{COOH} = \frac{1038,5 \text{ gram/L}}{\text{Mr CH}_3\text{COOH}}$$

$$\text{M CH}_3\text{COOH} = \frac{1038,5 \text{ gram/L}}{60,052 \text{ gram/mol}}$$

$$\text{M CH}_3\text{COOH} = 17,30 \text{ mol/L}$$

$$\text{M CH}_3\text{COOH} = 17,30 \text{ M}$$

Dari  $\text{CH}_3\text{COOH}$  diambil sebanyak 1 mL dan diencerkan dalam 25 mL larutan sehingga dapat diketahui mol  $\text{CH}_3\text{COOH}$ , dengan perhitungan sebagai berikut.

$$M_1 \cdot V_1 = M_2 \cdot V_2$$

$$M_1 \cdot 25\text{mL} = 17,30 \text{ mol/L} \cdot 1 \text{ mL}$$

$$M_1 = 0,692 \text{ M}$$

$$\text{mol CH}_3\text{COOH} = M \text{ CH}_3\text{COOH} \cdot V \text{ CH}_3\text{COOH}$$

$$\text{mol CH}_3\text{COOH} = 0,692 \text{ mol/L} \cdot 0,025 \text{ L}$$

$$\text{mol CH}_3\text{COOH} = 0,01730 \text{ mol}$$

Selanjutnya dapat dihitung mol  $\text{CH}_3\text{COONa}$  dan massanya yang dibutuhkan untuk membuat buffer pH 4,5.

$$[\text{H}^+] = K_a \times \left( \frac{\text{mol CH}_3\text{COOH}}{\text{mol CH}_3\text{COONa}} \right)$$

$$[10^{-4,5}] = 1,75 \cdot 10^{-5} \left( \frac{0,01730 \text{ mol}}{x \text{ mol}} \right)$$

$$x = \frac{1,75 \cdot 10^{-5} \times 0,01730}{10^{-4,5}}$$

$$x = 0,00957 \text{ mol CH}_3\text{COONa}$$

Massa  $\text{CH}_3\text{COONa}$  trihidrat yang dibutuhkan sebanyak:

$$\text{Massa} = \text{mol} \times M_r$$

$$\text{Massa} = 0,00957 \text{ mol} \times 82,03 \text{ gram/mol}$$

$$\text{Massa} = 0,7835 \text{ gram}$$

Jadi,  $\text{CH}_3\text{COONa}$  trihidrat yang dibutuhkan adalah sebanyak 0,7835 gram untuk membuat larutan buffer asetat pH 4,5 yang nantinya akan ditambahkan 1 mL  $\text{CH}_3\text{COOH}$  dalam labu ukur 25 mL.

## LAMPIRAN C

### PERHITUNGAN LINEARITAS

#### C.1 Perhitungan Persamaan Regresi Linier Kurva

Berdasarkan hukum Lambert-Beer yang menyatakan:

$$A = \epsilon \cdot b \cdot c$$

Dimana :

A adalah absorbansi

$\epsilon$  adalah tetapan absorptivitas molar

b adalah tebal medium penyerap dalam satuan cm

c adalah konsentrasi besi (III) dengan satuan ppm

Jika absorbansi (A) sebagai koordinat X dan konsentrasi besi (III) sebagai koordinat Y pada kurva standar besi, maka:

$$B = \frac{n (\sum x \cdot y) - \sum x \cdot \sum y}{n \sum x^2 - (\sum x)^2}$$

$$A = \frac{\sum y - B \sum x}{n}$$

Tabel C. 1 Perhitungan Persamaan Regresi Linier Kurva Kalibrasi dengan Pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

$[\text{Fe}^{3+}]$ (ppm) (x)	Absorbansi (y)	$(x^2)$	$(x \cdot y)$
1,000	0,061	1,000	0,061
2,000	0,160	4,000	0,320
3,000	0,230	9,000	0,690
4,000	0,346	16,000	1,384
5,000	0,444	25,000	2,220
$\sum x = 15,000$	$\sum y = 1,241$	$\sum x^2 = 55,000$	$\sum x \cdot y = 4,675$

$$B = \frac{n (\sum x \cdot y) - \sum x \cdot \sum y}{n \sum x^2 - (\sum x)^2}$$

$$B = \frac{5(4,675) - (15 \times 1,241)}{(5 \times 55) - (15)^2}$$

$$B = \frac{23,375 - 18,615}{\frac{275 - 225}{4,760}}$$

$$B = \frac{4,760}{50}$$

$$B = 0,0952$$

$$A = \frac{\sum y - B \sum x}{n}$$

$$A = \frac{1,241 - (0,0952 \times 15)}{5}$$

$$A = \frac{1,241 - 1,428}{5}$$

$$A = \frac{0,187}{5}$$

$$A = -0,0374$$

Persamaan regresi linear kurva kalibrasi larutan standar besi adalah:

$$y = Bx + A$$

$$y = 0,0952x - 0,0374$$

Tabel C. 2 Perhitungan Persamaan Regresi Linear Kurva Kalibrasi dengan Pereduksi  $\text{Na}_2\text{SO}_3$

$[\text{Fe}^{3+}]$ (ppm) (x)	Absorbansi (y)	$(x^2)$	$(x.y)$
1,000	0,132	1,000	0,132
2,000	0,222	4,000	0,443
3,000	0,304	9,000	0,912
4,000	0,363	16,000	1,452
5,000	0,448	25,000	2,240
$\Sigma x = 15,000$	$\Sigma y = 1,469$	$\Sigma x^2 = 55,000$	$\Sigma x.y = 5,719$

$$B = \frac{n (\sum x.y) - \sum x. \sum y}{n \sum x^2 - (\sum x)^2}$$

$$B = \frac{5(5,719) - (15 \times 1,4685)}{(5 \times 55) - (15)^2}$$

$$B = \frac{25,895 - 22,0275}{\frac{275 - 225}{3,8675}}$$

$$B = \frac{50}{5}$$

$$B = 0,0774$$

$$A = \frac{\sum y - B \sum x}{n}$$

$$A = \frac{1,4685 - (0,0774 \times 15)}{5}$$

$$A = \frac{1,4685 - 1,161}{5}$$

$$A = \frac{0,3075}{5}$$

$$A = 0,0616$$

Persamaan regresi linear kurva kalibrasi larutan standar besi adalah:

$$y = Bx + A$$

$$y = 0,0774x + 0,0616$$

Tabel C. 3 Perhitungan Persamaan Regresi Linear Kurva Kalibrasi dengan Pereduksi  $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$

$[\text{Fe}^{3+}]$ (ppm) (x)	Absorbansi (y)	$(x^2)$	$(x \cdot y)$
1,000	0,168	1,000	0,168
2,000	0,298	4,000	0,596
3,000	0,401	9,000	1,203
4,000	0,507	16,000	2,028
5,000	0,597	25,000	2,985
$\Sigma x = 15,000$	$\Sigma y = 1,971$	$\Sigma x^2 = 55,000$	$\Sigma x \cdot y = 6,980$

$$B = \frac{n (\sum x \cdot y) - \sum x \cdot \sum y}{n \sum x^2 - (\sum x)^2}$$

$$B = \frac{5(6,980) - (15 \times 1,971)}{(5 \times 55) - (15)^2}$$



$$B = \frac{34,900 - 29,565}{\frac{275 - 225}{5,335}}$$

$$B = \frac{5,335}{50}$$

$$B = 0,1067$$

$$A = \frac{\sum y - B \sum x}{n}$$

$$A = \frac{1,971 - (0,1067 \times 15)}{5}$$

$$A = \frac{1,971 - 1,6005}{5}$$

$$A = \frac{0,3705}{5}$$

$$A = 0,0741$$

Persamaan regresi linear kurva kalibrasi larutan standar besi adalah:

$$y = Bx + A$$

$$y = 0,1067x + 0,0741$$

## C2. Perbandingan Koefisien Korelasi Kurva Kalibrasi

Koefisien korelasi (r) digunakan untuk menggunakan seberapa baik kumpulan titik penelitian yang sesuai dengan garis lurus. Nilai r dihitung menggunakan persamaan:

$$r = \frac{\sum (x - \bar{x})(y - \bar{y})}{\sqrt{\sum (x - \bar{x})^2 \sum (y - \bar{y})^2}}$$

Keterangan: r adalah koefisien korelasi  
y adalah absorbansi  
 $\bar{x}$  adalah rata-rata konsentrasi besi (III)  
 $\bar{y}$  adalah rata-rata absorbansi

Tabel C. 4 Data Perhitungan Koefisien Korelasi Kurva Kalibrasi dengan Pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

x	y	$(x - \bar{x})^2$	$(y - \bar{y})^2$	$(x - \bar{x})(y - \bar{y})$
1,000	0,061	4	0,035044	0,3744
2,000	0,160	1	0,007779	0,0882
3,000	0,230	0	0,000331	0
4,000	0,346	1	0,009565	0,0978
5,000	0,444	4	0,038338	0,3916
$\bar{x} = 3$	$\bar{y} = 0,2482$	$\Sigma = 10,000$	$\Sigma = 0,091$	$\Sigma = 0,952$

$$r = \frac{\Sigma(x - \bar{x})(y - \bar{y})}{\sqrt{\Sigma(x - \bar{x})^2 \Sigma(y - \bar{y})^2}}$$

$$r = \frac{0,952}{\sqrt{(10,000)(0,091)}}$$

$$r = \frac{0,952}{\sqrt{0,91}}$$

$$r = \frac{0,952}{0,954}$$

$$r = 0,9977$$

$$r^2 = 0,9953$$

Tabel C. 5 Data Perhitungan Koefisien Korelasi Kurva Kalibrasi dengan Pereduksi  $\text{Na}_2\text{SO}_3$

x	y	$(x - \bar{x})^2$	$(y - \bar{y})^2$	$(x - \bar{x})(y - \bar{y})$
1,000	0,132	4	0,026147	0,3234
2,000	0,222	1	0,005213	0,0722
3,000	0,304	0	0,000106	0
4,000	0,363	1	0,004802	0,0693
5,000	0,444	4	0,023808	0,3086
$\bar{x} = 3$	$\bar{y} = 0,294$	$\Sigma = 10$	$\Sigma = 0,060077$	$\Sigma = 0,7735$

$$r = \frac{\sum (x - \bar{x})(y - \bar{y})}{\sqrt{\sum (x - \bar{x})^2 \sum (y - \bar{y})^2}}$$

$$r = \frac{0,7735}{\sqrt{(10,000)(0,060077)}}$$

$$r = \frac{0,7735}{\sqrt{0,60077}}$$

$$r = \frac{0,7735}{0,7750}$$

$$r = 0,9979$$

$$r^2 = 0,9959$$

Tabel C. 6 Data Perhitungan Koefisien Korelasi Kurva Kalibrasi dengan Pereduksi NH<sub>2</sub>OH.HCl

x	y	$(x - \bar{x})^2$	$(y - \bar{y})^2$	$(x - \bar{x})(y - \bar{y})$
1,000	0,168	4	0,0511664	0,4524
2,000	0,298	1	0,0092544	0,0926
3,000	0,401	0	0,0000462	0
4,000	0,507	1	0,0127238	0,1128
5,000	0,597	4	0,0411278	0,4056
$\bar{x} = 3$	$\bar{y} = 1,971$	$\Sigma = 10,000$	$\Sigma = 0,1143188$	$\Sigma = 1,067$

$$r = \frac{\sum (x - \bar{x})(y - \bar{y})}{\sqrt{\sum (x - \bar{x})^2 \sum (y - \bar{y})^2}}$$

$$r = \frac{1,067}{\sqrt{(10,000)(0,1143188)}}$$

$$r = \frac{1,067}{\sqrt{1,143188}}$$

$$r = \frac{1,067}{1,069}$$

$$r = 0,9979$$

$$r^2 = 0,9959$$

### C.3 Perhitungan Uji-t terhadap Kurva Kalibrasi

Uji-t digunakan untuk mengetahui ada atau tidaknya hubungan korelasi dengan persamaan yang ada:

$$t = |r| \frac{\sqrt{(n-2)}}{\sqrt{(1-r^2)}}$$

Dimana:

$H_0$  = tidak ada korelasi antara absorbansi dengan konsentrasi

$H_1$  = Ada korelasi antar absorbansi dengan konsentrasi

#### 1. Uji-t terhadap Kurva Kalibrasi dengan pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

Dimana diketahui bahwa nilai  $r = 0,9977$  dan  $r^2 = 0,9953$  maka nilai  $t$  hitung ditunjukkan pada perhitungan dibawah ini:

$$\begin{aligned} t &= |r| \frac{\sqrt{(n-2)}}{\sqrt{(1-r^2)}} \\ t &= |0,9977| \frac{\sqrt{5-2}}{\sqrt{1-0,9953}} \\ t &= |0,9977| \frac{1,7320}{0,0685} \\ t &= |0,9977| \times 25,2846 \\ t &= 25,2516 \end{aligned}$$

Nilai derajat kebebasan:

$$n - 2 = (5 - 2) = 3$$

Setelah dilakukan perhitungan untuk  $t_{hitung}$  kemudian dibandingkan hasil dengan nilai  $t_{tabel}$  dari nilai kritik sebaran  $t$  yaitu 25,2516 untuk derajat kebebasan 3 dengan selang kepercayaan 95%. Karena nilai  $t_{hitung} > t_{tabel}$  maka  $H_0$  ditolak dan dapat disimpulkan bahwa terdapat korelasi terhadap absorbansi dengan konsentrasi.

#### 2. Uji-t terhadap Kurva Kalibrasi dengan pereduksi $\text{Na}_2\text{SO}_3$

Dimana diketahui bahwa nilai  $r = 0,9979$  dan  $r^2 = 0,9959$  maka nilai  $t$  hitung ditunjukkan pada perhitungan dibawah ini:

$$t = |r| \frac{\sqrt{(n-2)}}{\sqrt{(1-r^2)}}$$

$$t = |0,9979| \frac{\sqrt{5-2}}{\sqrt{1-0,9959}}$$

$$t = |0,9979| \frac{1,7320}{0,0640}$$

$$t = |0,9979| \times 27,062$$

$$t = 26,9802$$

Nilai derajat kebebasan:

$$n - 2 = (5 - 2) = 3$$

Setelah dilakukan perhitungan untuk  $t_{hitung}$  kemudian dibandingkan hasil dengan nilai  $t_{tabel}$  dari nilai kritik sebaran  $t$  yaitu 26,9802 untuk derajat kebebasan 3 dengan selang kepercayaan 95%. Karena nilai  $t_{hitung} > t_{tabel}$  maka  $H_0$  ditolak dan dapat disimpulkan bahwa terdapat korelasi terhadap absorbansi dengan konsentrasi.

### 3. Uji-t terhadap Kurva Kalibrasi dengan pereduksi $NH_2OH.HCl$

Dimana diketahui bahwa nilai  $r = 0,9979$  dan  $r^2 = 0,9959$  maka nilai  $t$  hitung ditunjukkan pada perhitungan dibawah ini:

$$t = |r| \frac{\sqrt{(n-2)}}{\sqrt{(1-r^2)}}$$

$$t = |0,9979| \frac{\sqrt{5-2}}{\sqrt{1-0,9959}}$$

$$t = |0,9979| \frac{1,7320}{0,0640}$$

$$t = |0,9979| \times 27,0625$$

$$t = 26,9601$$

Nilai derajat kebebasan:

$$n - 2 = (5 - 2) = 3$$

Setelah dilakukan perhitungan untuk  $t_{hitung}$  kemudian dibandingkan hasil dengan nilai  $t_{tabel}$  dari nilai kritik sebaran  $t$  yaitu 26,9601 untuk derajat kebebasan 3 dengan selang kepercayaan 95%. Karena nilai  $t_{hitung} > t_{tabel}$  maka  $H_0$  ditolak dan dapat disimpulkan bahwa terdapat korelasi terhadap absorbansi dengan konsentrasi.

## LAMPIRAN D PERHITUNGAN PRESISI

### D.1 Pereduksi Natrium Tiosulfat ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ )

#### 1. Perhitungan Presisi pada pH Optimum Buffer Asetat

Untuk mengetahui tingkat presisi dapat ditentukan dengan menghitung *Relative Standar Deviation* (RSD) dan *Coefficient of Variation* (CV). Sebagai contoh perhitungan pada buffer asetat pH 4,5, maka dapat dihitung sebagai berikut.

Tabel D. 1 Perhitungan Pada Buffer Aseta pH 4,5

n	x	$\bar{x}$	$x - \bar{x}$	$(x - \bar{x})^2$
1	0,433	0,434	-1	1
2	0,434	0,434	0	0
n = 2				$\Sigma = 1$

Dilakukan perhitungan dengan formula sebagai berikut:

$$s = \sqrt{\frac{\sum (x - \bar{x})^2}{n - 1}}$$

$$s = \sqrt{\frac{1}{2 - 1}}$$

$$s = \sqrt{\frac{1}{1}}, s = 7,07 \times 10^{-4}$$

Keterangan: s = Simpangan baku  
x = Hasil pengukuran ke n  
 $\bar{x}$  = Rata-rata hasil pengukuran  
n = Jumlah pengulangan

Dari hasil perhitungan rataaan dan standar deviasi tersebut dapat diperoleh nilai CV dan RSD yaitu

$$CV = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \%$$

$$CV = \frac{7,07 \times 10^{-4}}{0,434} \times 100 \%$$

$$CV = 0,1629$$

Dan nilai RSD sebesar:

$$RSD = \frac{s}{\bar{x}} \times 1000 \text{ ppt}$$

$$RSD = \frac{7,07 \times 10^{-4}}{0,434} \times 1000 \text{ ppt}$$

$$RSD = 1,629 \text{ ppt}$$

Dari penelitian yang telah dilakukan, diperoleh data sebagai berikut.

**Tabel D. 2 Data Penentuan pH Optimum Buffer Asetat Pereduksi Natrium Tiosulfat ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ )**

n	pH	Absorbansi	SD	CV (%)	RSD (ppt)
1	3	0,375	0	0	0
2		0,375			
1	3	0,388	0	0	0
2		0,388			
1	4	0,422	0	0	0
2		0,422			
1	4,5	0,433	$7,07 \times 10^{-4}$	0,1629	1,629
2		0,434			
1	5	0,304	0	0	0
2		0,304			

## 2. Perhitungan Presisi pada Waktu Optimum

Sebagai contoh perhitungan pada waktu pendiaman 15 menit, maka dapat dihitung sebagai berikut.

**Tabel D. 3 Perhitungan Pada Waktu Pendiaman 15 menit**

n	x	$\bar{x}$	$x - \bar{x}$	$(x - \bar{x})^2$
1	0,320	0,320	0	0
2	0,320	0,320	0	0
n = 2				$\Sigma = 0$

Dilakukan perhitungan dengan formula sebagai berikut:

$$s = \sqrt{\frac{\sum (x - \bar{x})^2}{n - 1}}$$

$$s = \sqrt{\frac{0}{2 - 1}}$$

$$s = \sqrt{\frac{0}{1}}, s = 0$$

Dari hasil perhitungan rata-rata dan standar deviasi tersebut dapat diperoleh nilai CV dan RSD yaitu

$$CV = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \%$$

$$CV = \frac{0}{0,320} \times 100 \%$$

$$CV = 0\%$$

Dan nilai RSD sebesar:

$$RSD = \frac{s}{\bar{x}} \times 1000 \text{ ppt}$$

$$RSD = \frac{0}{0,320} \times 1000 \text{ ppt}$$

$$RSD = 0 \text{ ppt}$$

Dari penelitian yang telah dilakukan, diperoleh data sebagai berikut.

Tabel D. 4 Data Penentuan Waktu Optimum Pereduksi Natrium Tiosulfat ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ )

n	Waktu (menit)	Absorbansi	SD	CV (%)	RSD (ppt)
1	0	0,289	$7,07 \times 10^{-4}$	0,2438	2,438
2		0,290			
1	15	0,320	0	0	0
2		0,320			
1	30	0,319	0	0	0
2		0,319			



1	45	0,321	0	0	0
2		0,321			
1	60	0,318	0	0	0
2		0,318			

### 3. Perhitungan Presisi pada Konsentrasi Optimum

Sebagai contoh perhitungan konsentrasi 11 ppm, maka dapat dihitung sebagai berikut.

Tabel D. 5 Perhtungan pada Konsentrasi 11 ppm

n	x	$\bar{x}$	$x - \bar{x}$	$(x - \bar{x})^2$
1	0,455	0,455	0	0
2	0,455	0,455	0	0
n = 2				$\Sigma = 0$

Dilakukan perhitungan dengan formula sebagai berikut:

$$s = \sqrt{\frac{\sum (x - \bar{x})^2}{n - 1}}$$

$$s = \sqrt{\frac{0}{2 - 1}}$$

$$s = \sqrt{\frac{0}{1}}, s = 0$$

Dari hasil perhitungan rata-rata dan standar deviasi tersebut dapat diperoleh nilai CV dan RSD yaitu

$$CV = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \%$$

$$CV = \frac{0}{0,455} \times 100 \%$$

$$CV = 0\%$$

Dan nilai RSD sebesar:

$$RSD = \frac{s}{\bar{x}} \times 1000 \text{ ppt}$$

$$RSD = \frac{0}{0,455} \times 1000 \text{ ppt}$$

$$RSD = 0 \text{ ppt}$$

Dari penelitian yang telah dilakukan, diperoleh data sebagai berikut.

Tabel D. 6 Data Penentuan Kosentrasi Optimum Natrium Tiosulfat ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ )

n	Konsentrasi (ppm)	Absorbansi	SD	CV (%)	RSD (ppt)
1	5	0,198	$7,07 \times 10^{-4}$	0,3553	3,553
2		0,199			
1	7	0,274	0	0	0
2		0,274			
1	9	0,332	$7,07 \times 10^{-4}$	2,1298	21,298
2		0,322			
1	11	0,455	0	0	0
2		0,455			
1	13	0,328	0	0	0
2		0,328			
1	15	0,298	0	0	0
2		0,298			

## D.2 Pereduksi Natrium Sulfit ( $\text{Na}_2\text{SO}_3$ )

### 1. Perhitungan Presisi pada pH Optimum Buffer Asetat

Untuk mengetahui tingkat presisi dapat ditentukan dengan menghitung *Relative Standar Deviation* (RSD) dan *Coefficient of Variation* (CV). Sebagai contoh perhitungan pada buffer asetat pH 4, maka dapat dihitung sebagai berikut.

Tabel D. 7 Perhitungan pada Buffer Asetat pH 4

n	X	$\bar{x}$	$x - \bar{x}$	$(x - \bar{x})^2$
1	0,280	0,280	0	0
2	0,280	0,280	0	0
n = 2				$\Sigma = 0$

Dilakukan perhitungan dengan formula sebagai berikut:

$$s = \sqrt{\frac{\sum (x - \bar{x})^2}{n - 1}}$$

$$s = \sqrt{\frac{0}{2 - 1}}$$

$$s = \sqrt{\frac{0}{1}}, s = 0$$

Keterangan: s = Simpangan baku  
 x = Hasil pengukuran ke n  
 $\bar{x}$  = Rata-rata hasil pengukuran  
 n = Jumlah pengulangan

Dari hasil perhitungan rata-rata dan standar deviasi tersebut dapat diperoleh nilai CV dan RSD yaitu

$$CV = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \%$$

$$CV = \frac{0}{0,280} \times 100 \%$$

$$CV = 0\%$$

Dan nilai RSD sebesar:

$$RSD = \frac{s}{\bar{x}} \times 1000 \text{ ppt}$$

$$RSD = \frac{0}{0,280} \times 1000 \text{ ppt}$$

$$RSD = 0 \text{ ppt}$$

Tabel D. 8 Data penentuan pH optimum buffer asetat pereduksi Natrium Sulfit ( $\text{Na}_2\text{SO}_3$ )

n	pH	Absorbansi	SD	CV (%)	RSD (ppt)
1	3	0,222	0	0	0
2		0,222			
1	3,5	0,243	$7,07 \times 10^{-4}$	0,2897	2,897
2		0,244			

1	4	0,280	0	0	0
2		0,280			
1	4,5	0,271	0	0	0
2		0,271			
1	5	0,116	$1,41 \times 10^{-4}$	1,2297	12,297
2		0,114			

## 2. Perhitungan Presisi pada Waktu Optimum

Sebagai contoh perhitungan pada waktu pendiaman 30 menit, maka dapat dihitung sebagai berikut.

Tabel D. 9 Perhitungan pada Waktu Pendiaman 30 menit

n	X	$\bar{x}$	$x - \bar{x}$	$(x - \bar{x})^2$
1	0,406	0,406	0	0
2	0,406	0,406	0	0
n = 2				$\Sigma = 0$

Dilakukan perhitungan dengan formula sebagai berikut:

$$s = \sqrt{\frac{\sum (x - \bar{x})^2}{n - 1}}$$

$$s = \sqrt{\frac{0}{2 - 1}}$$

$$s = \sqrt{\frac{0}{1}}, s = 0$$

Dari hasil perhitungan rata-rata dan standar deviasi tersebut dapat diperoleh nilai CV dan RSD yaitu

$$CV = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \%$$

$$CV = \frac{0}{0,406} \times 100 \%$$

$$CV = 0\%$$

Dan nilai RSD sebesar:

$$RSD = \frac{s}{\bar{x}} \times 1000 \text{ ppt}$$

$$RSD = \frac{0}{0,406} \times 1000 \text{ ppt}$$

$$RSD = 0 \text{ ppt}$$

Dari penelitian yang telah dilakukan, diperoleh data sebagai berikut.

Tabel D. 10 Data penentuan waktu optimum pereduksi Natrium Sulfit ( $\text{Na}_2\text{SO}_3$ )

n	Waktu (menit)	Absorbansi	SD	CV (%)	RSD (ppt)
1	0	0,180	0	0	0
2		0,180			
1	15	0,252	$7,07 \times 10^{-4}$	0,2794	2,794
2		0,253			
1	30	0,406	0	0	0
2		0,406			
1	45	0,406	0	0	0
2		0,406			
1	60	0,410	0	0	0
2		0,410			

### 3. Perhitungan Presisi pada Konsentrasi Optimum

Sebagai contoh perhitungan konsentrasi 60 ppm, maka dapat dihitung sebagai berikut.

Tabel D. 11 Perhitungan pada Konsentrasi 60 ppm

n	X	$\bar{x}$	$x - \bar{x}$	$(x - \bar{x})^2$
1	0,389	0,389	0	0
2	0,389	0,389	0	0
n = 2				$\Sigma = 0$

Dilakukan perhitungan dengan formula sebagai berikut:

$$s = \sqrt{\frac{\sum (x - \bar{x})^2}{n - 1}}$$

$$s = \sqrt{\frac{0}{2 - 1}}$$

$$s = \sqrt{\frac{0}{1}}, s = 0$$

Dari hasil perhitungan rata-rata dan standar deviasi tersebut dapat diperoleh nilai CV dan RSD yaitu

$$CV = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \%$$

$$CV = \frac{0}{0,389} \times 100 \%$$

$$CV = 0\%$$

Dan nilai RSD sebesar:

$$RSD = \frac{s}{\bar{x}} \times 1000 \text{ ppt}$$

$$RSD = \frac{0}{0,389} \times 1000 \text{ ppt}$$

$$RSD = 0 \text{ ppt}$$

Dari penelitian yang telah dilakukan, diperoleh data sebagai berikut.

Tabel D. 12 Data penentuan konsentrasi optimum Natrium Sulfit ( $\text{Na}_2\text{SO}_3$ )

n	Konsentrasi (ppm)	Absorbansi	SD	CV (%)	RSD (ppt)
1	40	0,296	0	0	0
2		0,296			
1	50	0,330	0	0	0
2		0,330			
1	60	0,389	0	0	0
2		0,389			

1	70	0,321	0	0	0
2		0,321			
1	80	0,297	0,297	0	0
2		0,297	0,297	0	0

### D.3 Pereduksi Hidroksilamin Hidroklorid (NH<sub>2</sub>OH.HCl)

#### 1. Perhitungan Presisi pada pH Optimum Buffer Asetat

Untuk mengetahui tingkat presisi dapat ditentukan dengan menghitung *Relative Standar Deviation* (RSD) dan *Coefficient of Variation* (CV). Sebagai contoh perhitungan pada buffer asetat pH 4,5, maka dapat dihitung sebagai berikut.

Tabel D. 13 Perhitungan pada Buffer Asetat pH 4,5

n	x	$\bar{x}$	$x - \bar{x}$	$(x - \bar{x})^2$
1	0,632	0,632	0	0
2	0,632	0,632	0	0
n = 2				$\Sigma = 0$

Dilakukan perhitungan dengan formula sebagai berikut:

$$s = \sqrt{\frac{\sum (x - \bar{x})^2}{n - 1}}$$

$$s = \sqrt{\frac{0}{2 - 1}}$$

$$s = \sqrt{\frac{0}{1}}, s = 0$$

Keterangan :  
s = Simpangan baku  
x = Hasil pengukuran ke n  
 $\bar{x}$  = Rata-rata hasil pengukuran  
n = Jumlah pengulangan

Dari hasil perhitungan rata-rata dan standar deviasi tersebut dapat diperoleh nilai CV dan RSD yaitu

$$CV = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \%$$

$$CV = \frac{0}{0,632} \times 100 \%$$

$$CV = 0\%$$

Dan nilai RSD sebesar:

$$RSD = \frac{s}{\bar{x}} \times 1000 \text{ ppt}$$

$$RSD = \frac{0}{0,632} \times 1000 \text{ ppt}$$

$$RSD = 0 \text{ ppt}$$

Dari penelitian yang telah dilakukan, diperoleh data sebagai berikut.

Tabel D. 14 Data penentuan pH optimum buffer asetat pereduksi Hidroksilamin Hidroklorid ( $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$ )

n	pH	Absorbansi	SD	CV (%)	RSD (ppt)
1	3	0,591	0	0	0
2		0,591			
1	3	0,619	0	0	0
2		0,619			
1	4	0,620	$2,12 \times 10^{-3}$	0,3410	3,410
2		0,623			
1	4,5	0,632	0	0	0
2		0,632			
1	5	0,572	0	0	0
2		0,572			

## 2. Perhitungan Presisi pada Waktu Optimum

Sebagai contoh perhitungan pada waktu pendiaman 15 menit, maka dapat dihitung sebagai berikut.



Tabel D. 15 Perhitungan pada Waktu Pendiaman 15 menit

n	x	$\bar{x}$	$x - \bar{x}$	$(x - \bar{x})^2$
1	0,799	0,799	0	0
2	0,798	0,799	-1	1
n = 2				$\Sigma = 1$

Dilakukan perhitungan dengan formula sebagai berikut:

$$s = \sqrt{\frac{\sum (x - \bar{x})^2}{n - 1}}$$

$$s = \sqrt{\frac{1}{2 - 1}}$$

$$s = \sqrt{\frac{1}{1}}, s = 1,07 \times 10^{-4}$$

Dari hasil perhitungan rata-rata dan standar deviasi tersebut dapat diperoleh nilai CV dan RSD yaitu

$$CV = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \%$$

$$CV = \frac{0}{0,799} \times 100 \%$$

$$CV = 0\%$$

Dan nilai RSD sebesar:

$$RSD = \frac{s}{\bar{x}} \times 1000 \text{ ppt}$$

$$RSD = \frac{0}{0,799} \times 1000 \text{ ppt}$$

$$RSD = 0 \text{ ppt}$$

Dari penelitian yang telah dilakukan, diperoleh data sebagai berikut.

Tabel D. 16 Data penentuan waktu optimum pereduksi  
Hidroksilamin Hidroklorid (NH<sub>2</sub>OH.HCl)

n	Waktu (menit)	Absorbansi	SD	CV (%)	RSD (ppt)
1	0	0,566	0	0	0
2		0,566			
1	15	0,799	7,07 x 10 <sup>-4</sup>	0,0884	0,884
2		0,798			
1	30	0,680	0	0	0
2		0,680			
1	45	0,626	0	0	0
2		0,626			
1	60	0,572	0	0	0
2		0,572			

### 3. Perhitungan Presisi pada Konsentrasi Optimum

Sebagai contoh perhitungan konsentrasi 8 ppm, maka dapat dihitung sebagai berikut.

Tabel D. 17 Perhitungan pada Konsentrasi 8 ppm

n	x	$\bar{x}$	$x - \bar{x}$	$(x - \bar{x})^2$
1	0,693	0,693	0	0
2	0,693	0,693	0	0
n = 2				$\Sigma = 0$

Dilakukan perhitungan dengan formula sebagai berikut:

$$s = \sqrt{\frac{\sum (x - \bar{x})^2}{n - 1}}$$

$$s = \sqrt{\frac{0}{2 - 1}}$$

$$s = \sqrt{\frac{0}{1}}, s = 0$$

Dari hasil perhitungan rata-rata dan standar deviasi tersebut dapat diperoleh nilai CV dan RSD yaitu

$$CV = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \%$$

$$CV = \frac{0}{0,693} \times 100 \%$$

$$CV = 0\%$$

Dan nilai RSD sebesar:

$$RSD = \frac{s}{\bar{x}} \times 1000 \text{ ppt}$$

$$RSD = \frac{0}{0,693} \times 1000 \text{ ppt}$$

$$RSD = 0 \text{ ppt}$$

Dari penelitian yang telah dilakukan, diperoleh data sebagai berikut.

Tabel D. 18 Data penentuan konsentrasi optimum Hidroksilamin Hidroklorid ( $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$ )

n	Konsentrasi (ppm)	Absorbansi	SD	CV (%)	RSD (ppt)
1	5	0,539	0	0	0
2		0,539			
1	6	0,551	0	0	0
2		0,551			
1	7	0,599	$7,07 \times 10^{-4}$	0,1178	1,178
2		0,600			
1	8	0,693	0	0	0
2		0,693			
1	9	0,806	0	0	0
2		0,806			
1	10	0,826	0	0	0
2		0,826			
1	11	0,847	0	0	0
2		0,847			
1	12	0,812	0	0	0
2		0,812			

## LAMPIRAN E

### PERHITUNGAN KONSENTRASI $\text{Fe}^{2+}$ DAN AKURASI

Keakuratan penggunaan suatu metode dapat ditentukan dari nilai prosen *recovery* yang diperoleh. Perhitungan % *recovery* dilakukan sebagai berikut:

$$\% \text{ recovery} = \frac{\text{konsentrasi } \text{Fe}^{2+} \text{ terukur}}{\text{konsentrasi Fe}} \times 100\%$$

Konsentrasi  $\text{Fe}^{2+}$  terukur dapat diperoleh dari persamaan garis kurva kalibrasi pada perhitungan sebelumnya. Sebagai contoh persamaan garis kurva kalibrasi  $\text{Fe}^{2+}$  yang didapatkan dari  $\text{Fe}^{3+}$  direduksi dengan Natrium Tiosulfat ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ) sebesar  $y = 0,0952x - 0,0374$  maka dapat dihitung sebagai berikut.

$$y = 0,0952x - 0,0374$$

$$y + 0,0374 = 0,0952x$$

$$x = \frac{y + 0,0374}{0,0952}$$

Misalkan perhitungan menggunakan absorbansi ( $y$ ) = 0,455

$$x = \frac{y + 0,0374}{0,0952}$$

$$x = \frac{0,455 + 0,0374}{0,0952}$$

$$x = 5,172 \text{ ppm}$$

Maka nilai %Recovery dapat dihitung sebagai berikut:

$$\% \text{ recovery} = \frac{\text{konsentrasi } \text{Fe}^{2+} \text{ terukur}}{\text{konsentrasi Fe mula-mula}} \times 100\%$$

Konsentrasi Fe mula-mula yaitu 5 ppm, tetapi karena Fe terbuat dari  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  yang bersifat higroskopis sehingga dapat menyerap air. Sehingga dilakukan pengukuran melalui AAS untuk mendapatkan konsentrasi murni dari Fe 5 ppm. Sehingga didapatkan Fe mula-mula yaitu 3,924 ppm

$$\% \text{ Recovery} = \frac{5,172 \text{ ppm}}{3,924 \text{ ppm}} \times 100\%$$

$$\% \text{ Recovery} = 131,81\%$$

Dengan dikalikan faktor koreksi sebesar 0,78 sehingga didapatkan

$$\% \text{ Recovery} = 131,81\% \times 0,78$$

$$\% \text{ Recovery} = 102,81\%$$

Untuk data perhitungan selanjutnya dapat dilihat pada Tabel E1; Tabel E2, dan Tabel E3

Tabel E. 1 Data Konsentrasi  $\text{Fe}^{2+}$  dan % dengan Pereduksi Natrium Tiosulfat ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ )

Konsentrasi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (ppm)	Absorbansi $\text{Fe}^{2+}$	[Fe] mula-mula (ppm)	[ $\text{Fe}^{2+}$ ] terukur (ppm)	% <i>Recovery</i>
5	0,199	3,924	2,483	49,36
7	0,274	3,924	3,271	65,02
9	0,332	3,924	3,880	77,13
11	0,455	3,924	5,172	102,81
13	0,328	3,924	3,838	76,29
15	0,298	3,924	3,523	70,03

Tabel E. 2 Data Konsentrasi  $\text{Fe}^{2+}$  dan % dengan Pereduksi Natrium Sulfit ( $\text{Na}_2\text{SO}_3$ )

Konsentrasi $\text{Na}_2\text{SO}_3$ (ppm)	Absorbansi $\text{Fe}^{2+}$	[Fe] mula-mula (ppm)	[ $\text{Fe}^{2+}$ ] terukur (ppm)	% <i>Recovery</i>
40	0,296	3,924	3,028	60,20
50	0,330	3,924	3,467	68,92
60	0,389	3,924	4,229	84,08
70	0,321	3,924	3,351	66,61
80	0,297	3,924	3,041	60,45

Tabel E. 3 Data Konsentrasi  $\text{Fe}^{2+}$  dan % dengan Pereduksi Hidroksilamin Hidroklorida ( $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ )

Konsentrasi $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ (ppm)	Absorbansi $\text{Fe}^{2+}$	[Fe] mula- mula (ppm)	[ $\text{Fe}^{2+}$ ] terukur (ppm)	% <i>Recovery</i>
5	0,539	3,924	4,357	103,17
6	0,551	3,924	4,469	105,84
7	0,600	3,924	4,928	116,71
8	0,693	3,924	5,800	137,35
9	0,806	3,924	6,859	162,43
10	0,826	3,924	7,046	166,86
11	0,847	3,924	7,243	171,53
12	0,812	3,924	6,915	163,76

**LAMPIRAN F**  
**TABEL NILAI KRITIK SEBARAN t**

Nilai t untuk batas kepercayaan	90%	95%	98%	99%
Nilai  t  untuk nilai P	0,1	0,05	0,02	0,01
Banyaknya nilai a				
1	6,31	12,71	31,82	63,66
2	2,92	4,30	6,96	9,92
3	2,35	3,18	4,54	5,84
4	2,13	2,78	3,75	4,60
5	2,02	2,57	3,36	4,03
6	1,94	2,45	3,14	3,71
7	1,89	2,36	3,00	3,50
8	1,86	2,31	2,90	3,36
9	1,83	2,26	2,82	3,25
10	1,81	2,23	2,76	3,17
12	1,78	2,18	2,68	3,05
14	1,76	2,14	2,62	2,98
16	1,75	2,12	2,58	2,92
18	1,73	2,10	2,55	2,88
20	1,72	2,09	2,53	2,85
30	1,70	2,04	2,46	2,75
50	1,68	2,01	2,40	2,68
$\infty$	1,64	1,96	2,33	2,58

(Miller, 2010)

***“Halaman ini sengaja dikosongkan”***



## BIODATA PENULIS



Penulis bernama Haryudini Arsa Putri yang dilahirkan di Jember pada tanggal 01 Agustus 1995. Penulis merupakan anak kedua dari dua bersaudara. Penulis pernah menempuh pendidikan di TK Al-Amien Jember, SDN Jember Lor I, SMPN 2 Jember, dan SMAN 2 Jember. Penulis melanjutkan pendidikan tinggi di Departemen Kimia Fakultas Ilmu Alam (FIA) Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS) Surabaya melalui jalur SNMPTN Undangan pada tahun

2014 dan terdaftar sebagai mahasiswi Kimia ITS dengan NRP 01211440000001. Penulis pernah melakukan kerja praktek di LABORATORIUM FORENSIK POLRI CABANG SURABAYA selama 1 bulan. Selama menempuh pendidikan di ITS, penulis aktif berorganisasi. Penulis pernah menjabat sebagai staff kaderisasi departemen Pengembangan Sumber Daya Mahasiswa (PSDM) Himpunan Mahasiswa Kimia ITS 2015/2016, bendahara Dewan Perwakilan Mahasiswa (DPM) ITS periode 2016/2017. Penulis menyelesaikan pendidikannya di Departemen Kimia FIA ITS dengan mengambil tugas akhir yang berjudul “Optimasi Penggunaan Pereduksi Natrium Tiosulfat ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ), Natrium Sulfit ( $\text{Na}_2\text{SO}_3$ ), dan Hidroksilamin Hidroklorid ( $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$ ) Pada Analisis Kadar Besi ( $\text{Fe}$ )” yang dibimbing oleh Bapak Drs. R. Djarot Sugiarso K.S., M.S. dan Suprpto, S.Si., M.Si., Ph.D. Penulis dapat diajak berdiskusi mengenai tugas akhir maupun topik lainnya dan dapat dihubungi melalui email [haryudiniarsa@gmail.com](mailto:haryudiniarsa@gmail.com)